



TUGAS AKHIR

**PENGARUH ION As^{3+} PADA ANALISA BESI(III)
DENGAN LIGAN 1,10-FENANTROLIN DAN TIOSIANAT
MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI
UV-VIS**

**NUR AZIZAH AGUSTINA
NRP. 1413 100 020**

**Dosen Pembimbing
Drs. R. Djarot Sugiarto K.S, M.S
Dr. Hendro Juwono, M.Si.**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



FINAL PROJECT

THE EFFECT OF As^{3+} ION ON IRON(III) ANALYSIS WITH 1,10-PHENANTROLINE AND THIOCYANATE USING SPECTROPHOTOMETRY UV-VIS

NUR AZIZAH AGUSTINA
NRP. 1413 100 020

Advisor Lecturer
Drs. R. Djarot Sugiarso K.S, M.S
Dr. Hendro Juwono, M.Si.

DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017

**PENGARUH ION As^{3+} PADA ANALISA BESI(III)
DENGAN LIGAN 1,10-FENANTROLIN DAN TIOSIANAT
MENGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI
UV-VIS**

TUGAS AKHIR

Disusun Sebagai Syarat Untuk Menyelesaikan Mata Kuliah Tugas
Akhir Program Studi S-1
Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Disusun oleh:

NUR AZIZAH AGUSTINA
NRP. 1413 100 020

Surabaya, 26 Januari 2017

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

HALAMAN PENGESAHAN

PENGARUH ION As^{3+} PADA ANALISA BESI(III) DENGAN LIGAN 1,10-FENANTROLIN DAN TIOSIANAT MENGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

TUGAS AKHIR

Oleh:

NUR AZIZAH AGUSTINA

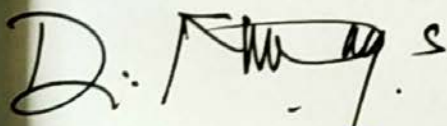
NRP. 1413 100 020

Surabaya, 26 Januari 2017

Menyetujui,

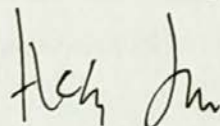
Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S.

NIP. 19650419 198803 1 001



Dr. Hendro Juwono, M.Si.

NIP. 19610606 198803 1 001



Mengesahkan
Ketua Departemen Kimia

Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.

NIP. 19710616 199703 1 002

Skripsi ini ku persembahkan untuk,
Bapak dan Ibu, Mas, Mbak, dan Adik tercinta
Sahabat saya yang selalu membantu dan menyemangati
Seseorang yang selalu menyemangati, HZF
Teman-teman Laboratorium Instrumen dan Sains Analitik
Dan teman-teman Kimia ITS 2013

Pengaruh Ion As^{3+} pada Analisa Besi(III) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin dan Tiosianat menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis

Nama : Nur Azizah Agustina
NRP : 1413100020
Jurusan : Kimia
Pembimbing I : Drs. R. Djarot Sugiarso, K.S., M.S.
Pembimbing II : Dr. Hendro Juwono, M.Si.

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai studi gangguan ion As^{3+} pada analisa besi(III) dengan ligan 1,10-fenantrolin dan tiosianat menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui ada tidaknya gangguan ion dari As^{3+} saat ditambahkan dalam kompleks Besi(III)-fenantrolin. Panjang gelombang maksimum Fe(III)-fenantrolin adalah 320 nm. Koefisien korelasi (r) yang diperoleh pada kurva kalibrasi adalah 0,9978. Hasil menunjukkan bahwa ion As^{3+} mulai mengganggu analisa Fe(III)-fenantrolin pada konsentrasi 0,5 ppm dengan persen(%) *recovery* sebesar 76,35 % dengan RSD 11,32 ppt dan CV 1,1 %. Panjang gelombang maksimum Fe(III)-tiosianat adalah 458 nm. Koefisien korelasi (r) yang diperoleh pada kurva kalibrasi adalah 0,9992. Hasil menunjukkan bahwa ion As^{3+} mulai mengganggu analisa Fe(III)-tiosianat pada konsentrasi 0,3 ppm dengan persen(%) *recovery* sebesar 75,36 % dengan RSD 3,19 ppt dan CV 0,319 %. Konstanta kestabilan senyawa kompleks (K_c) Fe(III)-fenantrolin = $2,8069 \cdot 10^{-7}$ dan K_c Fe(III)-tiosianat = $8,0101 \cdot 10^{-14}$.

Kata Kunci : Besi(III), 1,10-fenantrolin, tiosianat, Ion As^{3+} , Spektrofotometri UV-Vis.

The Effect of As^{3+} Ion on Iron(III) Analysis with 1,10-Phenanthroline And Thiocyanate Using Spectrophotometry UV-Vis

Name : Nur Azizah Agustina
NRP : 1413100020
Department : Chemistry
Advisor I : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S
Advisor II : Dr. Hendro Juwono, M.Si.

ABSTRACT

A study of As^{3+} ion interference on iron (III) had been done using 1,10-fenantrolin and thiocyanate by using UV-Vis spectrophotometry. This study was conducted to determine whether there was interference from As^{3+} ion when it was deliberately added to compound of Iron (III)-fenantrolin. The maximum wavelength of Fe (III)-fenantrolin was 320 nm. The correlation coefficient (r) obtained from the calibration curve was 0.9958. The results showed that As^{3+} ion began to interfere Fe (III)-fenantrolin analysis at a concentration of 0.5 ppm. Percent recovery obtained during the analysis was 76.35% with RSD of 11.32 ppt and CV of 1.1%. The maximum wavelength of Fe (III)-tiocyanate was 458 nm. The correlation coefficient (r) obtained in the calibration curve was 0.9985. The results showed that ion As^{3+} ion began to interference in the analysis of Fe (III)-tiocyanate at a concentration of 0.3 ppm with obtained percent recovery was 75.36%, RSD of 3.19 ppt and CV of 0.319 %. The stability constant of this complex (Kc) Fe(III)-fenantrolin was $2,8069.10^{-7}$, while Kc Fe(III)-tiosianat was $8,0101.10^{-14}$.

Keywords : Iron(III), 1,10-fenantrolin, tiocyanate, Ion As^{3+} , Spectrophotometry UV-Vis.

KATA PENGANTAR

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul **“Pengaruh Ion As^{3+} pada Analisa Besi(III) dengan Ligan 1,10-Fenantrolin dan Tiosianat menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis”** dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini terwujud berkat bimbingan, bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Drs. R. Djarot Sugiarso K.S, M.S, selaku dosen pembimbing dan dosen wali yang senantiasa memberikan motivasi dan bimbingan selama proses penelitian dan penulisan naskah.
2. Dr. Hendro Juwono, M.Si, selaku dosen pembimbing II yang senantiasa memberikan motivasi selama proses penelitian
3. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si, selaku kepala Laboratorium Instrumen dan Sains Analitik yang telah memberikan izin selama melakukan penelitian.
4. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc, selaku Ketua Departemen Kimia ITS yang telah membantu secara administrasi.
5. Orang tua dan keluarga yang selalu memberikan motivasi dan semangat.
6. Teman-teman ANORTHITE, yang selalu memberikan semangat.

Jika terdapat kesalahan dalam penulisan naskah ini, diharapkan saran dan kritik untuk perbaikan di kemudian hari.

Surabaya, 26 Januari 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN	iv
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Mineral.....	5
2.2 Batuan.....	6
2.3 Tinjauan Umum Tentang Besi	7
2.4 Tinjauan Umum Tentang Arsen.....	10
2.5 Sumber Pencemaran oleh Arsen	11
2.5.1 Batuan (tanah) dan sedimen.....	11
2.5.2 Udara	11
2.5.3 Air.....	12
2.5.4 Biota	12

2.5.5 Bahan-bahan Industri	12
2.5.6 Bahan Obat-obatan dan Herbal	13
2.6 Senyawa Kompleks.....	13
2.7 Senyawa 1,10-fenantrolin	14
2.8 Kalium Tiosianat.....	17
2.9 Kelebihan dan Kekurangan Pengompleks SCN^- dan pengompleks 1,10 fenantrolin dengan logam besi.....	18
2.10 Konstanta Kestabilan Senyawa Kompleks	18
2.11 Spektrofotometri UV-Vis.....	19
2.12 Metode Validasi.....	22
2.12.1 Linearitas	22
2.12.2 Akurasi	23
2.12.3 Presisi	23
2.12.4 Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantisasi (LOQ) ..	24
2.13 Uji Signifikansi	25
BAB III METODOLOGI	27
3.1 Alat dan Bahan	27
3.1.1 Alat	27
3.1.2 Bahan.....	27
3.2 Prosedur Kerja	27
3.2.1 Pembuatan larutan standar Besi(III) 100 ppm.....	27
3.2.2 Pembuatan larutan pengompleks 1,10 fenantrolin 1000 ppm.....	27
3.2.3 Pembuatan larutan pengompleks tiosianat 1000 ppm	28
3.2.4 Pembuatan buffer asetat.....	28
3.2.5 Pembuatan larutan As(III) 100 ppm.....	28

3.2.6 Penentuan panjang gelombang maksimum Fe(III)- fenantrolin.....	28
3.2.7 Penentuan panjang gelombang maksimum As(III)- fenantrolin.....	29
3.2.8 Pembuatan kurva kalibrasi Fe(III)-fenantrolin.....	29
3.2.9 Pengaruh ion pengganggu As(III) pada pengukuran Fe(III)-fenantrolin	30
3.2.10 Pembuatan larutan blanko untuk pengukuran Fe(III)- fenantrolin	30
3.2.11 Penentuan panjang gelombang maksimum Fe(III)- tiosianat	30
3.2.12 Pembuatan kurva kalibrasi Fe(III)-tiosianat.....	31
3.2.13 Pengaruh ion pengganggu As(III) pada pengukuran Fe(III)-tiosianat	31
3.2.14 Pembuatan larutan blanko untuk pengukuran Fe(III)- tiosianat	31
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)- fenantrolin.....	33
4.2 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum As(III)- fenantrolin.....	36
4.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(III)-fenantrolin	37
4.4 Pengukuran Pengaruh Ion As^{3+} terhadap kompleks Fe(III)- Fenantrolin.....	43
4.5 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)- tiosianat.....	49
4.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(III)-tiosianat	52
4.7 Pengukuran Pengaruh Ion As^{3+} terhadap kompleks Fe(III)- tiosianat.....	57

4.8 Penentuan Konstanta Kestabilan Kompleks Fe(III)- fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat akibat Pengaruh Ion As^{3+}	60
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	63
5.1 Kesimpulan	63
5.2 Saran	63
DAFTAR PUSTAKA	65
LAMPIRAN	71
A. Langkah Penelitian	71
B. Skema Kerja	72
B.1. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm	72
B.2. Pembuatan Larutan Standar As(III) 100 ppm	72
B.3. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm	73
B.4. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5	73
B.5. Pembuatan Larutan KSCN 1000 ppm	74
B.6. Pembuatan Larutan Blanko Pengukuran Fe(III)- Fenantrolin	74
B.7. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)- Fenantrolin	75
B.8. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum As(III)- Fenantrolin	76
B.9. Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(III)-fenantrolin	77
B.10. Pengaruh ion Pengganggu As(III) pada pengukuran Fe(III)-fenantrolin	78
B.11. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)- tiosianat	79
B.12. Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(III)-tiosianat	80

B.13. Pengaruh ion Pengganggu As(III) pada pengukuran Fe(III)-tiosianat	81
B.14. Pembuatan Larutan Blanko Pengukuran Fe(III)-Fenantrolin	82
C. Perhitungan Pembuatan Larutan	83
C.1. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm	83
C.2. Pembuatan Larutan As ₂ O ₃ 100 ppm.....	84
C.3. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm	85
C.4. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5	85
C.5. Pembuatan Larutan KSCN 1000 ppm	87
D. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang dan Absorbansi	88
D.1. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)-fenantrolin	88
D.2. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum As(III)-fenantrolin	91
D.3. Data Absorbansi Kurva Kalibrasi Fe(III)-fenantrolin	91
D.4. Data Absorbansi Pengaruh Ion Pengganggu As ³⁺ pada Fe(III)-fenantrolin	92
D.5. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)-tiosianat	92
D.6. Data Absorbansi Kurva Kalibrasi Fe(III)-tiosianat	95
D.7. Data Absorbansi Pengaruh Ion Pengganggu As ³⁺ pada Fe(III)-tiosianat	96
E. Perhitungan Data Statistika Fe(III)-fenantrolin	97
E.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi	97
E.2 Perhitungan Koefisien Korelasi dari Kurva Kalibrasi....	99
E.3 Perhitungan Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi	100

E.4 Perhitungan Konsentrasi Fe^{3+} dan Persen Recovery ...	101
E.5 Perhitungan standar deviasi (S), Standar Deviasi Relatif (RSD), dan Koefisien Variatif (CV)	102
E.6 Tabel Konsentrasi Ion As (III), S, RSD, dan CV	104
F. Perhitungan Data Statistika Fe(III)-tiosianat.....	105
F.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi	105
F.2 Perhitungan Koefisien Korelasi dari Kurva Kalibrasi ..	107
F.3 Perhitungan Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi.....	108
F.4 Perhitungan Konsentrasi Fe^{3+} dan Persen Recovery ...	109
F.5 Perhitungan standar deviasi (S), Standar Deviasi Relatif (RSD), dan Koefisien Variatif (CV)	110
F.6 Tabel Konsentrasi Ion As (III), S, RSD, dan CV	112
BIODATA PENULIS.....	113

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Berbagai jenis mineral yang memperlihatkan struktur kristalnya, (a). Wulfenite, (b). Milmetite. ..5
Gambar 2.2	Unsur Besi.....8
Gambar 2.3	(a) Konfigurasi Fe, (b) Konfigurasi Fe^{3+} 9
Gambar 2.4	Unsur Arsen 10
Gambar 2.5	Struktur ligan Orto-fenantrolin..... 15
Gambar 2.6	Hibridisasi Fe(III)-fenantrolin 16
Gambar 2.7	Struktur oktahedral Fe(III)-fenantrolin..... 16
Gambar 2.8	Sistem Kerja Spektrofotometer UV-Vis 20
Gambar 4.1	Panjang Gelombang Maksium Fe(III)-fenantrolin 34
Gambar 4.2	Panjang Gelombang Maksimum rata-rata Fe(III)-fenantrolin rentang 312-400 nm Interval 1 nm..... 35
Gambar 4.3	Hibridisasi Fe(III)-fenantrolin 35
Gambar 4.4	Panjang Gelombang Maksimum As(III)-fenantrolin rentang 312-319 nm Interval 1 nm. 36
Gambar 4.5	Panjang Gelombang Maksimum rata-rata As(III)-fenantrolin rentang 312-319 nm Interval 1 nm. 37
Gambar 4.6	Warna larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$ dari kiri berturut-turut konsentrasi Fe(III) (a) 0 ppm, (b) 1 ppm, (c) 2 ppm, (d) 3 ppm, (e) 4 ppm, (e) 5 ppm. 38
Gambar 4.7	Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-1 pada Fe(III)-fenantrolin 39
Gambar 4.8	Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-2 pada Fe(III)-fenantrolin 40
Gambar 4.9	Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-3 pada Fe(III)-fenantrolin 41
Gambar 4.10	Kurva Kalibrasi pada Fe(III)-fenantrolin..... 42
Gambar 4.11	Konfigurasi elektron dan hibridisasi As^{3+} 44
Gambar 4.12	Hibridisasi As(III)-fenantrolin..... 44
Gambar 4.13	Kemungkinan geometri trigonal bipiramdal As(III)-fenantrolin..... 45

Gambar 4.14	Pengaruh Ion As^{3+} terhadap Absorbansi Fe(III)-fenantrolin.....	47
Gambar 4.15	Pengaruh Ion As^{3+} terhadap Absorbansi rata-rata Fe(III)-fenantrolin	47
Gambar 4.16	Panjang Gelombang Maksium Fe(III)-tiosianat ..	50
Gambar 4.17	Panjang Gelombang Maksimum rata-rata Fe(III)-tiosianat rentang 400-500 nm Interval 1 nm.....	50
Gambar 4.18	Bentuk Geometri kompleks $[Fe(SCN)_6]^{3-}$	51
Gambar 4.19	Warna larutan kompleks $[Fe(SCN)_6]^{3-}$ dari kiri berturut-turut konsentrasi Fe(III) (a) 5 ppm, (b) 6 ppm, (c) 7 ppm, (d) 8 ppm, (e) 9 ppm.	52
Gambar 4.20	Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-1 pada Fe(III)-tiosianat.....	53
Gambar 4.21	Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-2 pada Fe(III)-tiosianat	54
Gambar 4.22	Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-3 pada Fe(III)-tiosianat.....	55
Gambar 4.23	Kurva Kalibrasi pada Fe(III)-tiosianat.....	56
Gambar 4.24	Pengaruh Ion As^{3+} terhadap Absorbansi Fe(III)-tiosianat	58
Gambar 4.25	Pengaruh Ion As^{3+} terhadap Absorbansi rata-rata Fe(III)-tiosianat	59

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1	Pengelompokan Mineral Silikat pada Batuan	7
Tabel 2. 2	Kelebihan dan Kekurangan SCN ⁻ dan 1, 10-fenantrolin dengan logam besi	18
Tabel 2. 3	Pelarut-pelarut untuk daerah UV-Vis.....	21
Tabel 4. 1	Data Pengukuran ke-1 Absorbansi Kompleks [Fe(fenantrolin) ₃] ³⁺	39
Tabel 4. 2	Data Pengukuran ke-2 Absorbansi Kompleks [Fe(fenantrolin) ₃] ³⁺	40
Tabel 4. 3	Data Pengukuran ke-3 Absorbansi Kompleks [Fe(fenantrolin) ₃] ³⁺	41
Tabel 4. 4	Data Pengukuran Absorbansi rata-rata Kompleks [Fe(fenantrolin) ₃] ³⁺	42
Tabel 4. 5	Data pengukuran absorbansi As ³⁺ dalam kompleks Fe(III)-fenantrolin.....	46
Tabel 4. 6	Persentase recovery Fe ³⁺ akibat pengaruh Ion As ³⁺ ..	48
Tabel 4. 7	Data Pengukuran ke-1 Absorbansi Kompleks [Fe(SCN) ₆] ³⁻	53
Tabel 4. 8	Data Pengukuran ke-2 Absorbansi Kompleks [Fe(SCN) ₆] ³⁻	54
Tabel 4. 9	Data Pengukuran ke-3 Absorbansi Kompleks [Fe(SCN) ₆] ³⁻	55
Tabel 4. 10	Data Pengukuran Absorbansi rata-rata Kompleks [Fe(SCN) ₆] ³⁻	56
Tabel 4. 11	Data pengukuran absorbansi As ³⁺ dalam kompleks	57
Tabel 4. 12	Data % recovery Fe ³⁺ akibat pengaruh penambahan ion As ³⁺	59
Tabel 4. 13	Konstanta Kestabilan Senyawa Kompleks Fe(III)-fenantrolin akibat ion Pengganggu As ³⁺	61
Tabel 4. 14	Konstanta Kestabilan Senyawa Kompleks Fe(III)-fenantrolin akibat ion Pengganggu As ³⁺	62

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bahan galian merupakan sumber daya alam yang tak terbarukan dan jumlahnya terbatas sehingga pengelolaannya harus dilakukan secara efektif dan efisien agar diperoleh manfaat yang optimal dan berkelanjutan. Jenis bahan galian yang sering dicari adalah emas. Di daerah tertentu, seperti Kabupaten Minahasa Utara, pertambangan emas sangat penting untuk meningkatkan perekonomian daerah tersebut. Hal ini terbukti dengan beroperasinya PT. Meares Soputan Mining (MSM) dan PT. Tambang Tondano Nusajaya di Kabupaten Minahasa. Kedua perusahaan tersebut melakukan kontrak karya dengan pemerintah daerah untuk melakukan kegiatan eksplorasi dan eksploitasi emas. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Arief pada tahun 2011, kegiatan pertambangan bahan galian juga dapat berpotensi untuk mendapatkan mineral lain dalam batuan seperti bijih besi. Mineralisasi logam yang paling potensial di daerah tersebut salah satunya adalah bijih besi dengan kadar Fe total antara 28,62% - 64,67%. Bijih besi terdiri atas oksigen dan atom besi yang berikatan bersama dalam molekul. Proses pertambangan bahan galian dan mineral di Kabupaten Minahasa ini terkadang merugikan karena pada setiap tahapan proses memungkinkan terjadi degradasi logam berat yang ada sehingga mencemari lingkungan (Ridwan, 2011).

Besi biasanya didapatkan dalam bentuk magnetit (Fe_3O_4), hematit (Fe_2O_3), goethit, limonit atau siderit. Besi merupakan logam transisional dimana pada konsentrasi rendah dapat menjadi logam yang esensial namun pada konsentrasi yang tinggi dapat bersifat toksik. Logam besi sangat reaktif dan mudah berkarat pada kondisi udara yang lembap atau suhu yang tinggi. Besi mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan dan mudah dimodifikasi sehingga banyak dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari. Larutan besi biasanya terdapat dalam bentuk ion

divalen atau trivalen. Larutan besi akan lebih mudah membentuk senyawa dalam bentuk Fe^{3+} dibandingkan Fe^{2+} (Sugiyarto, 2009).

Penentuan kadar besi dapat dilakukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis, dimana besi akan dikomplekskan dengan senyawa pengompleks sehingga larutan dengan warna spesifik dapat dianalisa menggunakan spektrometer UV-Vis. Fe(III) dapat membentuk kompleks dengan SCN^- menjadi Fe(III)-tiosianat . Kompleks Fe(SCN)_3 berwarna merah dengan pH optimum pada pH 2. Fe(III) akan bertindak sebagai oksidator pada suasana asam. Kestabilan bentuk Fe(III) hanya berkisar 15 menit dalam bereaksi. Reagen pengompleks lain yang biasa digunakan yaitu 2,4,6-tri(2-piridil)-s-triazin (TPTZ), ferrozine, formaldoxime, dan 1,10-fenantrolin (Arofa, 2013). Pada penelitian ini, digunakan reagen 1,10-fenantrolin dan tiosianat dalam pembentukan senyawa kompleks yang berasal dari logam Fe(III) .

Analisa besi menggunakan pengompleks 1,10-fenantrolin tidak terlepas dari gangguan ion sejenis. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Wang pada tahun 2015, menyatakan bahwa analisa besi secara spektrometer UV-Vis menggunakan pengompleks 1,10-fenantrolin dapat diganggu oleh ion logam sejenis yaitu Cu(II) . Pada pH 3,5, kompleks $\text{Fe(III)-fenantrolin}$ memiliki panjang gelombang maksimum 317nm dengan koefisien korelasi (r) yang diperoleh pada kurva kalibrasi adalah 0,9943. Hasil menunjukkan bahwa ion Cu(II) mulai mengganggu analisa besi pada konsentrasi 0,3 ppm dengan persen *recovery* sebesar 64,42% (Wang, 2015). Penelitian analisis Fe(III) dengan spektrometer UV-Vis juga dilakukan oleh Rendi pada tahun 2015. Analisa Fe(III) dapat diganggu oleh ion Ni^{2+} dimana pada pH 3,5, kompleks $\text{Fe(III)-fenantrolin}$ memiliki panjang gelombang 318nm dan penambahan ion Ni^{2+} mengakibatkan penurunan absorbansi $\text{Fe(III)-fenantrolin}$. Ion Ni^{2+} mulai mengganggu pada konsentrasi 0,2 ppm dengan Persentase *recovery* sebesar 79,25% (Rendi, 2015). Dalam hal tersebut, mulai dikembangkan pengaruh ion yang dapat berkompetisi dengan kompleks pada Fe(III) dengan

menguji logam-logam transisi lain yang diperkirakan mengganggu analisa besi, dalam hal ini ion As^{3+} .

Hingga tahun 2016, penelitian analisa Fe(III) masih belum dilakukan dengan adanya pengaruh gangguan ion As^{3+} . Ion As^{3+} termasuk dalam golongan logam berat yang merugikan dan kemungkinan mengganggu analisa pengukuran Fe(III) dalam batuan. Oleh karena itu, dilakukan analisa gangguan ion As^{3+} dengan menghitung konsentrasi As^{3+} secara presisi dan akurasi dimana ion tersebut kemungkinan dapat mengganggu analisa besi dalam cuplikan. Pada penentuan analisa Fe(III) ini, digunakan pengompleks 1,10-fenantrolin dan tiosianat yang diukur panjang gelombangnya dengan metode spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum larutan kompleks Fe(III)-fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Apakah dengan adanya ion As^{3+} yang sengaja ditambahkan pada larutan Fe(III) dapat mengganggu analisa besi?
2. Berapa besar konsentrasi dari ion As^{3+} yang ditambahkan pada saat mengganggu analisa Fe(III) dalam bentuk ion kompleks Fe(III)-fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat secara spektrometri UV-Vis?
3. Bagaimana perbandingan konstanta kestabilan senyawa kompleks Fe(III)-fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat?

1.3 Batasan Masalah

Penelitian ini menggunakan reagen kompleks 1,10-fenantrolin dan tiosianat yang sering digunakan untuk analisa besi sehingga dengan adanya penambahan ion As^{3+} pada senyawa kompleks Fe(III)-fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat dapat menurunkan ataupun menaikkan persen *recovery* dari Fe(III)-

fenantrolin dan Fe(III)-tiosinat serta perbandingan konstanta kestabilan kedua senyawa kompleks tersebut.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui pengaruh penambahan variasi konsentrasi ion As^{3+} ke dalam larutan Fe(III) yang di komplekskan dengan 1,10-fenantrolin dan tiosianat secara spektrofotometri UV-Vis
2. Untuk mengetahui besarnya konsentrasi ion As^{3+} yang mulai mengganggu analisa Besi(III) yang dikomplekskan dengan 1,10-fenantrolin dan tiosianat.
3. Untuk mengetahui konstanta kestabilan senyawa kompleks Fe(III)-fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat.

1.5 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk mengetahui ada atau tidak pengaruh ion As^{3+} dalam penentuan Fe(III) dari kompleks Fe(III)-fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat secara spektrofotometri UV-Vis serta untuk mengetahui konstanta kestabilan kedua senyawa kompleks tersebut.

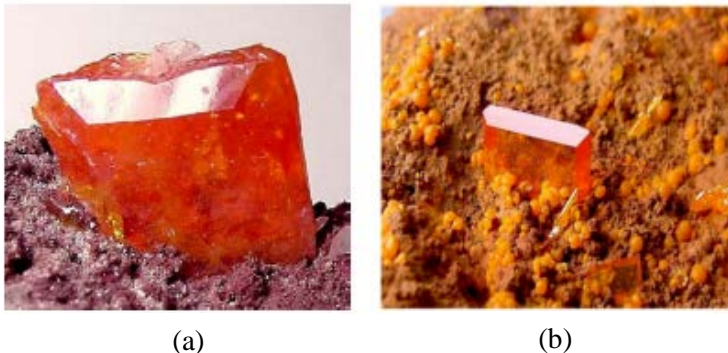
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Mineral

Bahan padat anorganik yang terdapat secara alamiah yang terdiri dari unsur-unsur kimiawi disebut mineral. Mineral dapat berwujud sebagai batuan, tanah, atau pasir. Beberapa mineral mempunyai nilai ekonomis apabila didapatkan dalam jumlah yang besar seperti emas dan perak. Mineral mempunyai sifat, dan bentuk tertentu dalam keadaan padat yang susunannya teratur. Bentuk mineral diasumsikan teratur karena dibatasi oleh bidang-bidang yang rata yang biasa dikenal dengan kristal (Noor, 2009).

Pengetahuan tentang mineral sebaiknya dikuasai terlebih dahulu sebelum mempelajari dasar-dasar geologi seperti batuan. Terdapat dua cara untuk mengetahui mineral yaitu berdasarkan sifat fisik dan melalui analisa kimiawi. Sifat fisik dari mineral dapat dilihat dari bentuk kristalnya, berat jenis, bidang belah, warna, kekerasan, goresan, dan kilap. Analisa kimiawi mineral biasanya menggunakan analisa difraksi sinar-X (XRD). Analisa ini pada umumnya sangat mahal dan memakan waktu yang lama (Noor, 2009). Berbagai jenis mineral dengan struktur kristalnya ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2. 1 Berbagai jenis mineral yang memperlihatkan struktur kristalnya, (a). Wulfenite, (b). Milmetite.

2.2. Batuan

Batuan yang terdapat di permukaan bumi sangat bervariasi jenis dan kepadatannya. Batuan beku merupakan penyusun utama kerak bumi, tetapi batuan sedimen merupakan penyusun permukaan bumi yang paling luas penyebarannya secara horisontal. Batuan terbentuk dalam berbagai kondisi. Lingkungan pembentukan batuan dipengaruhi oleh pH, komposisi magma asal (batuan beku), komposisi batuan asal (sedimen dan metamorf), suhu pembentukan, proses dekomposisi (rekristalisasi dan litifikasi), tekanan dan waktu. Batuan dapat mengandung satu atau beberapa mineral (Noor, 2009).

Mineral-mineral penyusun batuan memiliki kesamaan fisik dan sifat fisik, sehingga memungkinkan dilakukan penggolongan. Penggolongan mineral ke dalam suatu sistematika dikemukakan oleh Barzilius pada tahun 1813 berdasarkan kelompok anion dan kation yang sama dalam kelompok besar. Klasifikasi berdasarkan golongan tersebut terdiri atas golongan unsur, golongan oksida, golongan hidroksida, golongan sulfida, golongan halida, golongan karbonat, golongan sulfat, golongan fosfat, dan golongan silikat.

Golongan silikat merupakan penyusun utama kerak bumi (Holmes, 1964). Kombinasi silika dengan unsur lain membentuk golongan silikat. Mineral silikat terbagi dua jenis yaitu silikat primer dan silikat sekunder (Loughnan, 1969). Hampir 90% mineral pembentuk batuan adalah dari golongan ini. Silikat merupakan bagian utama yang membentuk batuan baik itu sedimen, batuan beku maupun batuan malihan. Mineral silikat dibagi atas beberapa kelompok yaitu ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Pada Tabel 2.1 diatas dapat diketahui bahwa batuan beku mengandung mineral Fe dimana dalam proses pembentukan mineral dalam batuan, kelompok Olivin akan melebur terlebih dahulu. Hal ini terjadi karena batuan tersebut memiliki berat jenis yang tinggi karena adanya kandungan Fe dan Mg didalamnya (Noor, 2009).

Tabel 2. 1 Pengelompokan Mineral Silikat pada Batuan

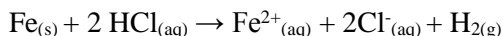
No.	Kelompok Mineral	Jenis Mineral	Rumus Kimia
1.	Non-ferromagnesium	Kuarsa	(SiO ₂)
		Felspar Alkali	(KAlS ₃ O ₈)
		Felspar Plagiklas	(Ca,Na)AlS ₃ O ₈)
		Mika Muskovit	(K ₂ Al ₄ (Si ₆ Al ₂ O ₂₀)(O H,F) ₂)
2.	Ferromagnesium	Mika Biotit	K ₂ (Mg,Fe) ₆ Si ₃ O ₁₀ (O H) ₂)
		Amfibol	(Na,Ca) ₂ (Mg,Fe,Al) ₃ (si,Al)8O ₂₂ (OH)
		Pyroksen	(Mg,Fe,Ca,Na)(Mg,Fe,Al)SiO ₆
		Olivin	(Mg,Fe)2SiO ₄

(Noor, 2009)

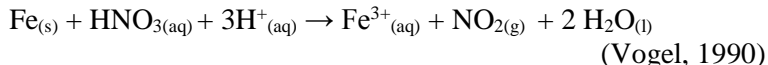
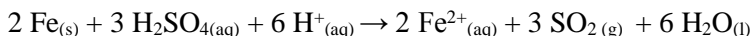
2.3. Tinjauan Umum Tentang Besi

Salah satu jenis logam yang sering kita jumpai yaitu besi. Besi adalah logam yang kelimpahannya pada urutan kedua. Teras bumi dianggap terutama terdiri atas Fe dan Ni. Bijih yang utama adalah hematite Fe₂O₃, magnetite Fe₃O₄, limonite FeO (OH) dan siderit FeCO₃. Besi murni cukup reaktif. Dalam udara lembap cepat teroksidasi memberikan besi(III) oksidahidrat (karat) yang tidak sanggup melindungi karena zat ini hancur dan membiarkan permukaan logam yang baru terbuka. Besi yang sangat halus bersifat pirofor. Dengan adanya udara atau bila digunakan HNO₃ yang encer dan panas, sejumlah besi akan menjadi besi(III). Media pengoksidasi yang sangat kuat seperti HNO₃ pekat atau asam-asam yang mengandung dikromat membuat besi pasif dan air bebas udara memberikan sedikit efek.

Besi dalam sistem periodik mempunyai nomor atom 26 dengan densitas sebesar 7,87 g/L, titik lelehnya 1535 °C dan titik didihnya 2750 °C (Daintith, 1997). Besi merupakan logam transisi yang berwarna keperakan dan mudah ditempa. Asam klorida baik dalam bentuk encer maupun pekat, dapat melarutkan besi dengan menghasilkan garam-garam besi(II) dan gas hidrogen. Reaksi yang terjadi yaitu sebagai berikut:



Asam sulfat pekat dan panas dapat melarutkan besi dan menghasilkan ion besi(II) dan belerang oksida, sedangkan asam nitrat panas, dapat melarutkan besi membentuk ion besi(III) dan gas nitrogen oksida. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut: (Vogel, 1990).



Besi ditemukan dalam bentuk heme dan non heme. Bentuk heme lebih efektif diserap tubuh dan banyak ditemukan dalam hemoglobin dan mioglobin. Besi non heme banyak terdapat dalam jaringan tubuh. Gambar 2.2 menunjukkan unsur besi yang dapat dijumpai dalam kehidupan sehari-hari.



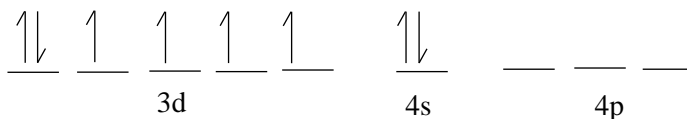
Gambar 2. 2 Unsur Besi

Besi merupakan ion logam transisi trivalensi deret pertama yang cukup labil, sehingga dapat membentuk berbagai macam stereokimia pada senyawa kompleksnya. Senyawa

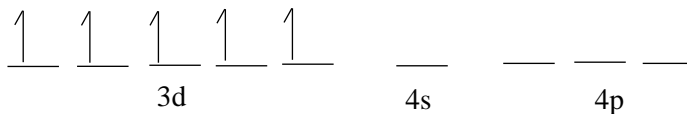
kompleks Fe(III) umumnya membentuk struktur oktahedral dengan bilangan koordinasi enam (Wilkinson, 2009).

Konfigurasi Fe dan Fe³⁺ ditunjukkan pada Gambar 2.3.

(a)



(b)



Gambar 2. 3 (a) Konfigurasi Fe, (b) Konfigurasi Fe³⁺

Kadar total besi juga dapat ditentukan dengan mengubah besi menjadi kompleks 1,10-fenantrolin dan kompleks-kompleks molybdenum. Penggunaan kompleks molybdenum melibatkan pengubahan besi (III) yang ada kedalam media asam yaitu dengan membentuk suatu kompleks berwarna kuning dalam isobutylmetilketon dan cara ini memerlukan pengocokan lima menit jika digunakan tembaga melibatkan pengomplekan di dalam media asam, sedang cara 1,10-fenantrolin yang menggunakan adsorpsi kedalam mikrokristalin naftalen yang dipisahkan dan hasil kompleksnya dipadatkan sangat tidak efektif dan memerlukan waktu yang lama. Dalam penelitian digunakan yang tidak membutuhkan ekstraksi. Metode ini relatif sederhana, cepat, sensitif dan selektif dengan menggunakan spektrofotometri (Effendy, 2007).

2.4 Tinjauan Umum Tentang Arsen

Arsen berwarna abu-abu metalik (*steel-grey*) dan memiliki nomor atom 33, nomor massa 74.92, serta muatan valensi -3, 0, +3 atau +5.31. Pada umumnya arsen tidak berbau, tetapi beberapa senyawanya dapat mengeluarkan bau bawang putih. Racun arsen pada umumnya mudah larut dalam air, khususnya dalam air panas (Lanny, 2008). Berikut ini merupakan gambar unsur arsen yang ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 4 Unsur Arsen

Arsen dijumpai di tanah, air dan udara. Unsur Arsen ditemukan sebagai hasil sampingan dari peleburan tembaga, timah, seng dan logam lainnya. Ini dapat mengakibatkan dilepasnya As ke lingkungan. Pembakaran fosil terutama batu bara, mengeluarkan As_2O_3 ke lingkungan, dimana sebagian besar akan masuk ke dalam perairan alami. Arsen terdapat di alam bersama-sama dengan mineral fosfat dan dilepas ke lingkungan bersama-sama dengan senyawa fosfat. Arsen dalam bentuk As^{3+} disebut arsenit dan dalam bentuk As^{5+} disebut arsenat. Sumber utama paparan As di lingkungan kerja adalah dari pabrik pembuat herbisida dan pestisida serta dari makanan. Arsenit (As^{3+}) larut dalam lipid dan dapat diadsorpsi melalui pencernaan, inhalasi dan kontak langsung dengan kulit.

Arsen jarang ditemukan dalam bentuk unsur, biasanya membentuk berbagai senyawa kompleks berupa trivalent (As^{3+})

atau pentavalent (As^{5+}). As^{3+} berupa arsen anorganik diantaranya arsen pentoksida, asam arsenit, Pb-arsenit, Ca-arsenit. Arsen organik dapat berupa As^{3+} dan As^{5+} , diantaranya asam arsalinat atau bentuk metilasi. Senyawa arsen anorganik yang terpenting adalah arsen trioksida (As_2O_3 atau As_4O_3). Pada suhu diatas 1.073°C senyawa arsen trioksida dapat dihasilkan dari hasil samping produksi tembaga dan pembakaran batu bara. Arsen trioksida mempunyai titik didih 465°C dan akan menyublim pada suhu lebih rendah. Kelarutan arsen trioksida dalam air rendah, kira-kira 2 % pada suhu 25°C dan 8,2% pada suhu 98°C . Sedikit larut dalam asam membentuk asam arsenida (H_3AsO_3). Arsen trioksida sangat cepat larut dalam HCl dan alkalis (Atkins, 2010).

2.5 Sumber Pencemaran oleh Arsen

Keberadaan arsen di alam meliputi keberadaan di batuan (tanah) dan sedimen, udara, air, biota dan produksi arsen dalam industri, penggunaan dan sumber pencemaran arsen di lingkungan.

2.5.1 Batuan (tanah) dan sedimen

Dalam batuan atau tanah, arsen terdistribusi sebagai mineral. Kadar As tertinggi dalam bentuk arsenida amalgam tembaga, timah hitam, perak dan bentuk sulfida dari emas. Mineral lain yang mengandung arsen adalah arsenopyrite (FeAsS), realgar (As_4S_4) dan orpiment (As_2S_3). Secara kasar, kandungan arsen di bumi antara 1,5-2 mg/kg (NAS, 1997). Bentuk oksida arsen banyak ditemukan pada deposit atau sedimen dan akan stabil bila berada di lingkungan.

2.5.2 Udara

Zat padat di udara (TSP) mengandung senyawa arsen dalam bentuk anorganik dan organik (Johnson, 1998). Grecilius pada tahun 1974 menunjukkan bahwa hanya 35% arsen anorganik terlarut dalam air hujan. Dilokasi tercemar, kadar As di udara ambient kurang dari 1g/m^3 (Pierson, 1974).

2.5.3 Air

Beberapa tempat di bumi mengandung arsen yang cukup tinggi sehingga dapat merembes ke air tanah. Kebanyakan wilayah dengan kandungan arsen tertinggi adalah daerah aluvial yang merupakan endapan lumpur sungai dan tanah dengan kaya bahan organik. Arsenik dalam air tanah bersifat alami dan dilepaskan dari sedimen ke dalam air tanah karena tidak adanya oksigen pada lapisan di bawah permukaan tanah

Arsen terlarut dalam air dalam bentuk organik dan anorganik (Braman, 1975). Jenis arsen bentuk organik adalah *methylarsenic acid* dan *methylarsenic acid*, sedang anorganik dalam bentuk arsenit dan arsenat. Arsen dapat ditemukan pada air permukaan, air sungai, air danau, air sumur dalam, air mengalir, serta pada air di lokasi di mana terdapat aktivitas panas bumi (geothermal).

2.5.4 Biota

Penyerapan ion dalam tanah oleh komponen besi dan alumunium, sebagian besar merupakan kebalikan dari penyerapan arsen pada tanaman (Walsh, 1977). Kandungan arsen dalam tanaman yang tumbuh pada tanah yang tidak tercemari pestisida bervariasi antara 0,01-5 mg/kg berat kering (NAS, 1977).

2.5.5 Bahan-bahan Industri

Arsen telah banyak digunakan untuk berbagai kepentingan diantaranya untuk bahan pestisida, herbisida, insektisida, bahan cat, keramik, bahan untuk preservasi kayu, penjernih kaca pada industri elektronik. Dalam masyarakat, arsen masih digunakan sebagai anti hama, terutama tikus. Dalam bentuk bubuk putih, yang dikenal sebagai warangan (As_2O_3), Arsen merupakan obat pembasmi tikus yang ampuh. Racun ini tidak berasa, tidak berbau, tidak berwarna dan sangat beracun sehingga dapat mengecoh tikus sehingga mau memakan umpan yang telah diberi racun tersebut. Tikus yang memakan arsen akan mengalami gejala muntaber, kekurangan cairan (dehidrasi) dan mati dalam keadaan “kering”. Karena bahayanya racun ini, maka

saat ini arsen tidak banyak digunakan lagi sebagai pembasmi hama dan perannya digantikan oleh bahan lain yang lebih aman. Meskipun demikian, sampai saat ini arsen masih banyak digunakan sebagai bahan preservasi kayu dan komponen dalam industri elektronika, karena belum ada penggantinya (Nelson, 1977).

2.5.6 Bahan Obat-obatan dan Herbal

Arsenik inorganik telah digunakan untuk pengobatan lebih dari 2500 tahun lalu. Bentuk yang paling sering digunakan adalah Fowler solution yang mengandung 1% potasium arsenit, digunakan untuk terapi psoriasis. Selain itu Arsphenamine selama beberapa tahun merupakan terapi standar untuk penyakit sifilis. Namun penelitian retrospektif menyatakan adanya peningkatan insiden angiosarkoma hepatic pada orang yang sering diterapi dengan *Fowler solution*. Arsen juga pernah digunakan sebagai obat untuk berbagai infeksi parasit, seperti protozoa, cacing, amoeba, spirocheta dan tripanosoma, tetapi kemudian tidak lagi digunakan karena ditemukannya obat lain yang lebih aman. Hingga saat ini arsen juga banyak terdapat pada obat-obat tradisional dari India dan Cina.

2.6 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang terbentuk karena penggabungan dari dua atau lebih senyawa sederhana yang masing-masing dapat berdiri sendiri. Kompleks yang paling banyak berperan dalam pemeriksaan kimia adalah senyawa kompleks koordinasi, karena kompleks koordinasi ini terjadi akibat pembentukan ikatan koordinasi dari ligan ke ion logam. Proses pembentukan senyawa kompleks koordinasi adalah dengan adanya perpindahan satu atau lebih pasangan elektron dari ligan ke ion logam, jadi ligan bertindak sebagai pemberi elektron dan ion logam sebagai penerima elektron (Effendy, 2007).

Umumnya semua ion logam dapat membentuk kompleks yang berwarna (kecuali ion logam alkali) yang dapat larut dalam

air dan beberapa pelarut organik. Warna tersebut disebabkan oleh ion logam yang mempunyai orbital d kosong atau berisi elektron tunggal, dimana elektron tersebut dapat berpindah-pindah dari satu orbital ke orbital yang lain, dan dalam perpindahan tersebut elektron menyerap energi pada panjang gelombang tertentu. Beberapa reaksi-reaksi tersebut sangat peka sehingga hanya dalam jumlah mikrogram atau nanogram ion logam telah dapat ditentukan dengan ketelitian yang tinggi (Effendy, 2007).

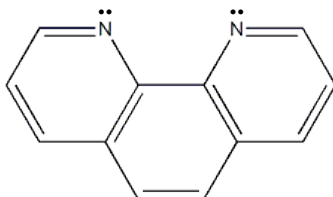
2.7 Senyawa 1,10-fenantrolin

Senyawa 1,10-fenantrolin ($C_{12}H_8N_2$) mempunyai berat molekul 180,20 dengan komposisi C 79,98%; H 4,48%; dan N 15,55%. 1,10-fenantrolin mempunyai sifat monohidrat, putih berbentuk bubuk kristal, titik leleh 93-94°C, titik didih 117°C (Getrost, 1977).

Selain mempunyai sifat diatas senyawa ini juga larut dalam air, alkohol dan aseton. 1,10-fenantrolin digunakan dalam pembentukan kompleks dengan besi yang biasa disebut dengan kompleks ferroin sebagai indikator oksidasi reduksi seperti titrasi garam besi, 1,10-fenantrolin juga digunakan dalam penentuan nikel, perak dan logam lain. Fe (II) bereaksi dengan 1,10-fenantrolin membentuk kompleks merah jingga $[Fe(C_{18}H_8N_2)_3]_2$. Yang menunjukkan bahwa kompleks tersebut stabil dengan nilai λ_{max} 512 nm dengan nilai konstanta kestabilan 21,0. Reaksi 1,10-fenantrolin dengan Fe (III) tidak memberikan warna larutan yang intensif yang menunjukkan bahwa Fe (III)-fenantrolin bersifat tidak stabil. Ini dibuktikan dengan hasil panjang gelombang maksimum yang didapat yaitu 317 nm dan juga dari konstanta kestabilan yang bernilai 14,1 (Vogel, 1990).

Orto-fenantrolin merupakan molekul fenantrolin yang mempunyai dua kelompok CH yang tergantikan dengan 2 atom nitrogen. Pasangan elektron bebas yang terdapat dalam atom nitrogen dikombinasikan dengan kerapatan siklik dalam cincin aromatik sehingga orto-fenantrolin dapat bertindak sebagai ligan

(Basset, 1991). Struktur orto-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 2.5.

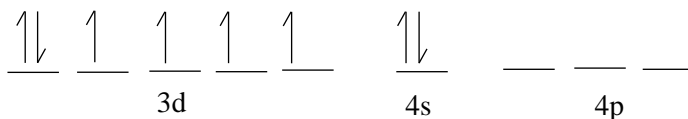


Gambar 2. 5 Struktur ligan Orto-fenantrolin

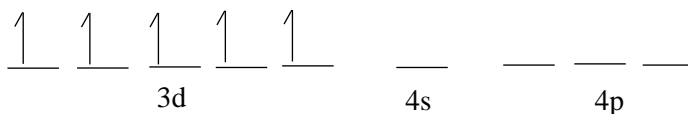
Orto-fenantrolin merupakan pengompleks besi yang sangat stabil. Orto-fenantrolin dapat membentuk kompleks yang stabil dengan besi (II) dan membentuk warna merah jingga. Namun orto-fenantrolin juga dapat membentuk kompleks dengan besi (III) tetapi kurang stabil sehingga besi (III) harus direduksi dahulu menjadi besi (II) dengan agen pereduksi hidroksilamin hidroklorida (Svehla, 1985).

Konfigurasi elektron dan hibridisasi pada Fe(III)-fenantrolin adalah sebagai berikut:

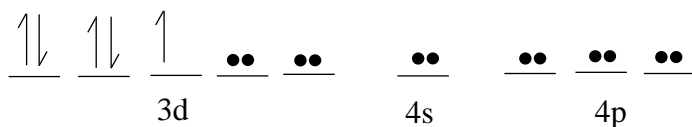
$${}_{26}\text{Fe} = [\text{Ar}] 4s^2 3d^5$$



$${}_{26}\text{Fe}^{3+} = [\text{Ar}] 4s^2 3d^0$$

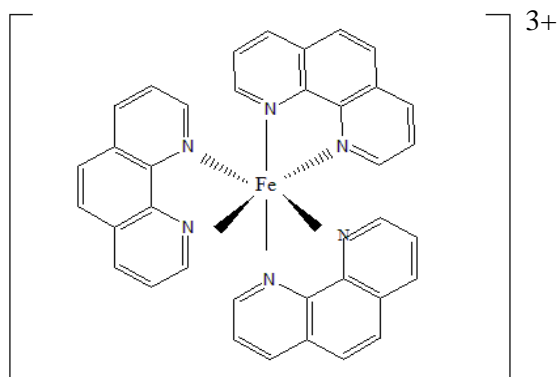


Fe(III)-fenantrolin



Gambar 2. 6 Hibridisasi Fe(III)-fenantrolin

Hibridisasi dari senyawa kompleks Fe(III)-fenantrolin adalah d^2sp^3 yang memberikan bentuk geometri oktahedral. Bentuk oktahedral dari Fe(III)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 2.7.



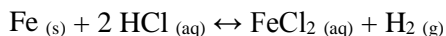
Gambar 2. 7 Struktur oktahedral Fe(III)-fenantrolin

Kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin dan Fe(III)-1,10-fenantrolin memiliki nilai absorbansi yang identik pada 396 nm. Oleh karena itu, pengukuran serapan pada 396 nm akan didapatkan kadar besi total. Untuk larutan Fe^{3+} diperlakukan dalam suasana asam dengan penambahan asam sulfat encer, dikomplekskan dengan orto-fenantrolin dan diberi penambahan buffer (kalium hidrogen ftalat untuk pH 3,9; buffer asetat untuk

pH 4,5; atau buffer phospat untuk pH 8,00). Absorptivitas molar (ϵ) dari kompleks $[\text{Fe}(\text{o-phen})_3]^{2+}$ adalah 11.100 L/mol.cm pada panjang gelombang 508 nm. Nilai yang dihasilkan sangat besar yang menunjukkan penyerapan yang sangat kuat. Intensitas warna kompleks ini stabil pada pH 2 sampai 9.

Ion Fe^{2+} dapat mudah teroksidasi menghasilkan Fe^{3+} yang mana Fe^{3+} juga dapat membentuk kompleks dengan orto-fenantrolin yang menghasilkan warna ungu gelap. Cara mencegah Fe^{2+} teroksidasi menjadi Fe^{3+} adalah dengan mengalirkan HCl kering pada besi panas, karena H_2 yang dihasilkan bersifat reduktor.

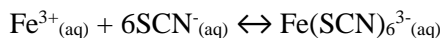
Reaksi antara Fe dengan HCl adalah sebagai berikut.



(Rifki, 2013)

2.8 Kalium Tiosianat

Kalium tiosianat (KSCN) memiliki titik leleh 175°C, massa molar 97,18 g/mol. Kalium tiosianat digunakan untuk pengompleks besi (III). Metode pengompleksan tiosianat tergantung pada pembentukan warna merah dari kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})_6^{3+}$ yang terbentuk, dimana reaksi terjadi secara stoikiometri dan warna kompleks stabil. Kestabilan ini dipengaruhi oleh kestabilan reaktan, kekuatan ion dalam larutan. Besi dengan konsentrasi rendah biasanya ditentukan sebagai Fe(II) karena banyaknya kandungan nitrogen organik dalam pereaksi yang membentuk kompleks stabil dan warna kompleks yang bagus dan jelas (Vogel, 1990). Besi (III) dapat dengan mudah membentuk kompleks dengan ion tiosianat menghasilkan senyawa dengan warna merah tua, karena kompleks Besi (III) tiosianat tidak berdisosiasi. Persamaan reaksi yang terjadi antara Fe^{3+} dengan pereaksi pengompleks tiosianat adalah sebagai berikut:



2.9 Kelebihan dan Kekurangan Pengompleks SCN^{-} dan pengompleks 1,10 fenantrolin dengan logam besi

Kelebihan dan kekurangan pengompleks SCN^{-} dan pengompleks 1,10 fenantrolin dijelaskan pada Tabel 2.2.

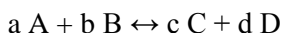
Tabel 2. 2 Kelebihan dan Kekurangan SCN^{-} dan 1, 10-fenantrolin dengan logam besi

No.	Tiosianat	1,10-fenantrolin
1.	Kompleks yang terbentuk tidak stabil dan relatif bebas gangguan.	Kompleks yang terbentuk stabil dan stokiometris.
2.	Pereaksi murah dan mudah didapat.	Pereaksi reaktif lebih mahal meskipun mudah didupkannnya.
3.	Pembentukan kompleks tidak diperlukan proses reduksi.	Diperlukan proses reduksi untuk membentuk Fe(II).
4.	Diperlukan pengontrolan pH 1-3.	Diperlukan pengontrolan pH 3-5.
5.	Sangat cocok untuk penentuan Fe(III).	Sangat cocok untuk penentuan Fe(II).

(Rifki, 2013)

2.10 Konstanta Kestabilan Senyawa Kompleks

Secara kuantitatif, kestabilan ion-ion dinyatakan dengan konstanta kestabilan. Untuk reaksi setimbang dalam larutan dinyatakan sebagai berikut:



Besarnya konstanta kestabilan (K_c) adalah :

$$K_c = \frac{\alpha C^c \cdot \alpha D^d}{\alpha A^a \cdot \alpha B^b} \quad (2.1)$$

Dimana α adalah aktivitas yang besarnya adalah konsentrasi dikali koefisien aktivitas ($c \cdot \gamma$). Pada larutan encer, koefisien aktivitas = 1 sehingga α sama dengan konsentrasi itu sendiri.

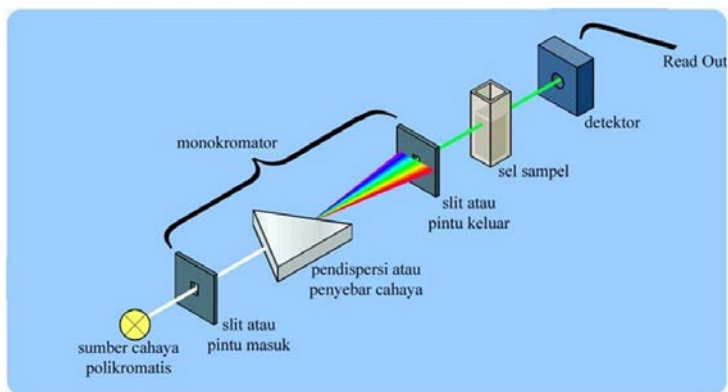
Apabila diberlakukan pada pembentukan senyawa kompleks, maka konstanta kestabilan yang terjadi dapat disebut konstanta kestabilan kompleks. Banyak faktor yang mempengaruhi stabilitas ion kompleks, namun secara umum stabilitas ion kompleks dipengaruhi oleh ion pusat dan ligan penyusunnya (Sukardjo, 1985). Semakin besar konstanta kestabilan, maka semakin kuat atau stabil kompleks yang terjadi (Haryadi, 1990).

2.11 Spektrofotometri UV-Vis

Metode pengukuran dengan spektrofotometri UV-Vis adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu (Day, 2002). Sinar ultraviolet (UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (visible) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm. Pengukuran spektrofotometri menggunakan alat spektrofotometer yang melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif (Rohman, 2007).

Mekanisme spektrofotometri UV-Vis adalah pada saat sejumlah sinar monokromatis dilewatkan pada sebuah larutan, ada sebagian sinar yang diserap, dihamburkan, dipantulkan dan sebagian lagi diteruskan. Namun karena jumlah sinar yang dihamburkan dan dipantulkan sangat kecil, maka dianggap tidak ada. Apabila radiasi atau cahaya putih dilewatkan melalui larutan berwarna, maka radiasi dengan panjang gelombang tertentu akan diserap (absorpsi) secara selektif dan radiasi lainnya akan

diteruskan. Absorpsi maksimum dari larutan berwarna terjadi pada daerah warna yang berlawanan (warna yang diserap adalah warna komplementer dari warna yang diamati). Jika ditinjau secara mikro, maka ketika cahaya monokromatis melewati larutan sampel, elektron-elektron yang terdapat di dalam sampel akan mendapatkan energi dari cahaya yang dilewatkan dan kemudian tereksitasi ke orbital yang lebih tinggi (Harvey, 2000). Sistem kerja spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2. 8 Sistem Kerja Spektrofotometer UV-Vis

Salah satu hal yang perlu diperhatikan dalam penggunaan analisis spektrofotometri UV-Vis adalah pemilihan pelarut. Pelarut yang digunakan tidak hanya harus melarutkan suatu sampel tetapi juga tidak boleh menyerap cukup banyak. Absorbansi, tidak terjadi interaksi dengan senyawa yang akan dianalisis, dan kemurniannya harus tinggi (Underwood, 2000). Pelarut yang umum digunakan untuk daerah UV-Vis dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2. 3 Pelarut-pelarut untuk daerah UV-Vis

Pelarut	Perkiraan Transparasi Minimum (nm)	Pelarut	Perkiraan Transparasi Minimum (nm)
Air	190	Klorofom	250
Metanol	210	Karbon tetraklorida (CCl ₄)	265
Sikloheksana	210	Benzena	280
Heksana	210	Toluena	285
Dietil eter	220	Piridina	305
<i>p</i> -dioksana	220	Aseton	330
Etanol	220	Karbon disulfida	380

(Underwood, 2000)

Komponen-komponen pokok yang ada dalam spektrofotometeri UV-Vis yaitu meliputi :

1. Sumber energi radiasi yang stabil
2. Monokromator untuk mengubah radiasi polikromatik menjadi panjang gelombang tunggal yang terdiri dari sistem slit (pintu masuk sinar), pendispersi (cermin atau prisma segitiga), dan slit (pintu keluar sinar)
3. Sel absorpsi, biasanya dikenal dengan kuvet yaitu tempat untuk meletakkan sampel dan blanko yang akan diuji
4. Detektor fotolistrik untuk menyerap energi foton dan mengubah energi tersebut. Syarat pentingnya adalah mempunyai sensitifitas yang tinggi, waktu respon singkat, dan stabil. (Underwood, 2000)

Cahaya yang diserap diukur sebagai absorbansi (A), sedangkan cahaya yang dihamburkan diukur sebagai transmittan (T). Penjelasan tersebut mengacu pada hukum Lambert-Berr, yaitu sebagai berikut :

$$\% T = \frac{I_t}{I_0} \times 100\% \quad (2.2)$$

Dan absorbansi dinyatakan dengan persamaan sebagai berikut:

$$A = -\log \frac{I_t}{I_0} \quad (2.3)$$

Kemudian penurunan rumus dari hukum Lambert-Beer dapat ditulis sebagai berikut :

$$A = \epsilon bc \quad (2.4)$$

Keterangan :

- I_t = intensitas cahaya yang datang
- I_0 = intensitas cahaya setelah melewati sampel
- A = absorbansi
- b = tebal kuvet
- c = konsentrasi larutan yang diukur
- ϵ = absorptivitas molar

(Skoog, 1998)

2.12 Metode Validasi

Validasi metode adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004). Beberapa parameter standar yang harus dipenuhi dalam penilaian kelayakan suatu metode untuk digunakan dalam analisis antara lain adalah linieritas, akurasi, presisi dan limit deteksi.

2.12.1 Linearitas

Linearitas menunjukkan kemampuan suatu metode analisis untuk memperoleh hasil pengujian yang sesuai dengan

konsentrasi analit dalam contoh pada kisaran konsentrasi tertentu. Berdasarkan Hukum Lambert-Beer, absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi. Penentuan konsentrasi sampel yang didasarkan pada Hukum Lambert-Beer dapat dilakukan dengan menggunakan kurva standar (Mulja, 1995). Penetapan linearitas minimum menggunakan lima konsentrasi yang berbeda. Persamaan garis yang digunakan pada kurva kalibrasi diperoleh dari metode kuadrat terkecil, yaitu $y = bx + a$. Persamaan ini akan menghasilkan koefisien korelasi (r). Koefisien korelasi inilah yang digunakan untuk mengetahui linieritas suatu metode analisis. Nilai a pada regresi linier menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan. Nilai kemiringan atau slope pada kurva kalibrasi dapat digunakan untuk melihat sensitifitas suatu metode analisis (Gandjar, 2007). Hubungan linear yang ideal dicapai jika nilai $b = 0$ dan $r = +1$ atau -1 tergantung pada arah garis. Nilai koefisien korelasi yang memenuhi persyaratan diharapkan mendekati 1 atau diatas 0.995 (Harmita, 2004).

2.12.2 Akurasi

Akurasi adalah suatu tindakan persetujuan berdasarkan hasil analitik tunggal dengan hasil yang sebenarnya. Biasanya menunjukkan derajat kedekatan hasil dan umumnya dinyatakan dengan % *recovery*. Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi tingkat akurasi yang baik, antara lain peralatan yang dikalibrasi, pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pengontrolan yang cermat sesuai prosedur (Atmajadiningrum, 2014)

2.12.3 Presisi

Presisi adalah suatu tindakan persetujuan antara hasil perhitungan dengan hasil penentuan pengulangan pada metode analitik yang sama. Umumnya, presisi dari metode analitik dinyatakan dalam standar desviiasi (s), standar deviasi standar (RSD), dan koefisien variasi (CV). Berikut ini adalah persamaan dari masing-masing presisi :

$$s = \sqrt{S^2} \quad (2.5)$$

$$S^2 = \frac{\sum(x-\bar{x})^2}{n-1} \quad (2.6)$$

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt} \quad (2.7)$$

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2.8)$$

Keterangan :

- S = simpangan baku
- x = hasil perhitungan masing-masing
- \bar{x} = hasil perhitungan rata-rata
- n = jumlah pengulangan

Metode analitik dapat dikatakan mempunyai presisi yang bagus apabila mempunyai harga $RSD < 20 \text{ ppt}$ atau $CV < 2 \%$ (Atmajadiningrum, 2014).

2.12.4 Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantisasi (LOQ)

Dalam setiap analisis yang melibatkan konsentrasi sampel yang sangat kecil di dalamnya perlu ditentukan titik terendah sampel/ konsentrasi terendah sampel yang dapat diukur oleh metode yang digunakan. *Limit of Detection* (LOD) merupakan konsentrasi terendah sampel yang terukur dalam pengukuran kualitatif namun bisa ditiadakan dalam pengukuran kuantitatif. Sedangkan *Limit of Quantitation* (LOQ) merupakan konsentrasi terendah sampel yang terbaca dalam pengukuran (Loo, 2012). LOD digunakan untuk memperhitungkan jumlah terkecil analit dalam cuplikan, dimana nilai tersebut lebih signifikan dibandingkan pada cuplikan blanko. Sedangkan LOQ digunakan sebagai parameter untuk kuantitas terkecil analit dalam cuplikan. LOD dan LOQ dapat dihitung secara statistik melalui garis linier dan kurva kalibrasi dimana pada kurva kalibrasi a sebagai *slope* dan b sebagai *intersep* (Atmajadiningrum, 2014).

2.13 Uji Signifikasi

Untuk mengetahui ketepatan dan keakuratan hasil analisis diperlukan suatu uji statistik untuk membandingkan kesesuaian hasil dari suatu sampel yang mengandung analit yang belum diketahui kadarnya dengan standar yang mengandung analit yang telah diketahui secara pasti. Uji statistik tersebut biasa disebut sebagai uji signifikansi yang bertujuan untuk mengetahui seberapa besar perbedaan antara kedua hasil dari sampel dan standar (Loo, 2012).

Uji signifikansi dapat digunakan untuk membandingkan hasil yang diperoleh dari dua atau lebih metode berbeda untuk mengetahui seberapa besar perbedaannya, sehingga akan dapat diketahui apakah hasil dari masing-masing metode berbeda nyata atau tidak berbeda nyata secara signifikan (Harvey, 2000). Uji-t merupakan uji signifikansi untuk menguji dua buah rata-rata suatu variabel antara dua kelompok yang berbeda. Tingkat kepercayaan dalam uji-t menyatakan kemungkinan (probabilitas) terjadinya perbedaan hasil yang nyata.

Uji-t dapat ditentukan dengan persamaan:

$$t = \frac{x_1 - x_2}{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}} \quad (2.9)$$

Dimana : x_1 dan x_2 = rata-rata sampel metode 1 dan 2

s_1 dan s_2 = simpangan baku sampel metode 1 dan 2

n_1 dan n_2 = jumlah pengulangan

(Harvey, 2000)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah botol timbang, spatula, neraca analitik, corong, labu ukur 100 mL, labu ukur 50 mL, labu ukur 10 mL, pipet ukur 1 mL, pipet ukur 2 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 10 mL, pipet tetes, corong, kaca arloji, gelas beaker 50 mL, pengaduk, penangas, propipet, botol semprot, pH meter, indikator pH, kuvet kaca, dan spektrofotometer UV-Vis (*Thermo Scientific model G10S*).

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan yang mempunyai kemurnian yang tinggi, diantaranya Besi(III)klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (*Merck*), 1,10-fenantrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$) (*Merck*), Asam asetat (CH_3COOH) (*Merck*), Natrium Asetat (CH_3COONa) (*Merck*), Aseton ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) (*Merck*), Arsen(III)oksida (As_2O_3) (*Merck*), Kalium tiosianat (KSCN) (*Merck*), Asam nitrat (HNO_3) (*Merck*) dan Aqua DM.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Pembuatan larutan standar Besi(III) 100 ppm

Larutan standar Fe(III) 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,0483 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam gelas beaker 50 mL kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan penambahan aqua DM hingga batas.

3.2.2 Pembuatan larutan pengompleks 1,10 fenantrolin 1000 ppm

Sebanyak 0,1 g 1,10 fenantrolin dilarutkan dengan aqua DM dalam gelas beaker 50 mL. Pembuatan larutan dengan cara diaduk menggunakan stirer pada suhu pemanasan sebesar 70 °C selama 10 menit. Kemudian, larutan diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan penambahan aqua DM hingga batas.

3.2.3 Pembuatan larutan pengompleks tiosianat 1000 ppm

Larutan pengompleks SCN 1000 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,1 g KSCN dalam gelas beaker 50 mL kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan penambahan aqua DM hingga batas

3.2.4 Pembuatan buffer asetat

Larutan bufer asetat pH 3,5 dibuat dengan cara melarutkan CH_3COONa sebanyak 0,3962 g dengan aqua DM dalam gelas beaker 50 mL. Kemudian, larutan diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan penambahan 5 mL CH_3COOH glasial ($K_a=1,75 \cdot 10^{-5}$). Larutan yang telah dibuat kemudian ditambah aqua DM hingga batas dan diukur pH dengan menggunakan pH meter. Besarnya pH yang terukur adalah 3,5. Apabila pH kurang dari 3,5 maka ditambahkan tetes demi tetes larutan NaOH 1 M hingga pH yang terukur adalah 3,5.

3.2.5 Pembuatan larutan As(III) 100 ppm

Larutan As(III) 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan 0,0264 g As_2O_3 dengan aqua DM dalam gelas beaker 50 mL. Kemudian, larutan dipanaskan suhu 70 °C dan diaduk dengan pengaduk hingga larut. Larutan As(III) didinginkan selama 30 menit lalu diencerkan dengan penambahan aqua DM hingga batas pada labu ukur 100 mL.

3.2.6 Penentuan panjang gelombang maksimum Fe(III)-fenantrolin

Larutan standar Fe(III) 100 ppm dimasukkan sebanyak 0,5 mL kedalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10 fenantrolin 1000 ppm, ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 3,5, ditambahkan 5 mL aseton, ditambahkan aqua DM hingga batas. Larutan campuran dikocok dan didiamkan selama 5 menit dan diukur absorbansi pada panjang gelombang 312 nm – 400 nm. Pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali. Panjang gelombang maksimum ditentukan berdasarkan absorbansi yang diperoleh

pada rentang 0,2 – 0,8. Data hasil pengukuran dibuat kurva antara absorbansi dan panjang gelombang. Dari kurva tersebut dapat diketahui panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-fenantrolin (Rendi, 2015).

3.2.7 Penentuan panjang gelombang maksimum As(III)-fenantrolin

Larutan As(III) 100 ppm dimasukkan sebanyak 0,5 mL kedalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10 fenantrolin 1000 ppm, ditambahkan 1,5 mL buffer asetat pH 3,5, ditambahkan 5 mL aseton, ditambahkan aqua DM hingga batas. Larutan campuran dikocok dan didiamkan selama 5 menit dan diukur absorbansi pada panjang gelombang 312 nm – 319 nm. Pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali. Panjang gelombang maksimum ditentukan berdasarkan absorbansi yang diperoleh pada rentang 0,2 – 0,8. Data dibuat kurva antara absorbansi dan panjang gelombang. Dari kurva tersebut dapat diketahui panjang gelombang maksimum kompleks As(III)-fenantrolin.

3.2.8 Pembuatan kurva kalibrasi Fe(III)-fenantrolin

Larutan standar Fe(III) dengan konsentrasi 100 ppm diambil 0,1 mL lalu dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm, 1,5 mL buffer asetat pH 3,5, 5mL aseton, aqua DM hingga batas kedalam labu ukur 10 mL tersebut. Campuran dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Kemudian larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh. Setiap prosedur diulangi sebanyak tiga kali dan dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi (y) dan konsentrasi (x) dari data absorbansi yang diperoleh. Prosedur diatas dilakukan juga untuk konsentrasi larutan standar Fe(III) sebanyak 0 mL, 0,2 mL, 0,3 mL, 0,4 mL, 0,5 mL, 0,6 mL dan 0,7 mL.

3.2.9 Pengaruh ion pengganggu As(III) pada pengukuran Fe(III)-fenantrolin

Larutan standar Fe(III) dengan konsentrasi 100 ppm diambil 0,5 mL lalu dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 0,01 mL larutan As(III), ditambahkan 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm, 1,5 mL buffer asetat pH 3,5, 5mL aseton, aqua DM hingga batas kedalam labu ukur 10 mL tersebut. Campuran dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh. Setiap prosedur diulangi sebanyak tiga kali dan dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi (y) dan konsentrasi (x) dari data absorbansi yang diperoleh. Prosedur diatas dilakukan juga untuk konsentrasi larutan As(III) sebanyak 0 mL, 0,03 mL, 0,05 mL, 0,07 mL dan 0,09 mL.

3.2.10 Pembuatan larutan blanko untuk pengukuran Fe(III)-fenantrolin

Larutan blanko dibuat dengan cara mencampurkan 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm, 1,5 mL larutan buffer asetat pH 3,5, 5 mL aseton dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan aqua DM hingga batas dalam labu ukur 10 mL

3.2.11 Penentuan panjang gelombang maksimum Fe(III)-tiosianat

Larutan standar Fe(III) 100 ppm dimasukkan sebanyak 0,5 mL kedalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1,5 mL larutan KSCN 1000 ppm, ditambahkan 1 tetes HNO₃ 65% sehingga pH 2, 5 mL aseton, dan ditambahkan aqua DM hingga batas. Larutan campuran dikocok dan didiamkan selama 5 menit dan diukur absorbansi pada panjang gelombang 400 nm – 500 nm. Pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali. Panjang gelombang maksimum ditentukan berdasarkan absorbansi yang diperoleh pada rentang 0,2 – 0,8. Data hasil pengukuran dibuat kurva antara absorbansi dan panjang gelombang. Dari kurva tersebut dapat diketahui panjang gelombang maksimum kompleks Fe(III)-sianat.

3.2.12 Pembuatan kurva kalibrasi Fe(III)-tiosianat

Larutan standar Fe(III) dengan konsentrasi 100 ppm diambil 0,5 mL lalu dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1,5 mL larutan KSCN 1000 ppm, ditambahkan 1 tetes HNO₃ 65% sehingga pH 2, 5 mL aseton dan aqua DM hingga batas kedalam labu ukur 10 mL tersebut. Campuran dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Kemudian larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh. Tiap prosedur diulangi sebanyak tiga kali dan dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi (y) dan konsentrasi (x) dari data absorbansi yang diperoleh. Prosedur diatas dilakukan juga untuk konsentrasi larutan standar Fe(III) sebanyak 0,6 mL, 0,7 mL, 0,8 mL, dan 0,9 mL.

3.2.13 Pengaruh ion pengganggu As(III) pada pengukuran Fe(III)-tiosianat

Larutan standar Fe(III) dengan konsentrasi 100 ppm diambil 0,5 mL lalu dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 0,01 mL larutan As(III), ditambahkan 1,5 mL larutan KSCN 1000 ppm, ditambahkan 1 tetes HNO₃ 65% sehingga pH 2, 5 mL aseton dan aqua DM hingga batas kedalam labu ukur 10 mL tersebut. Campuran dikocok dan didiamkan selama 5 menit. Larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh. Tiap prosedur diulangi sebanyak tiga kali dan dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi (y) dan konsentrasi (x) dari data absorbansi yang diperoleh. Prosedur diatas dilakukan juga untuk konsentrasi larutan As(III) sebanyak 0 mL, 0,03 mL, 0,05 mL, 0,07 mL dan 0,09 mL.

3.2.14 Pembuatan larutan blanko untuk pengukuran Fe(III)-tiosianat

Larutan blanko dibuat dengan cara mencampurkan 1,5 mL larutan KSCN 1000 ppm, 1 tetes HNO₃ 65 % sehingga pH 2, dan 5 mL aseton dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan aqua DM hingga batas dalam labu ukur 10 mL.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

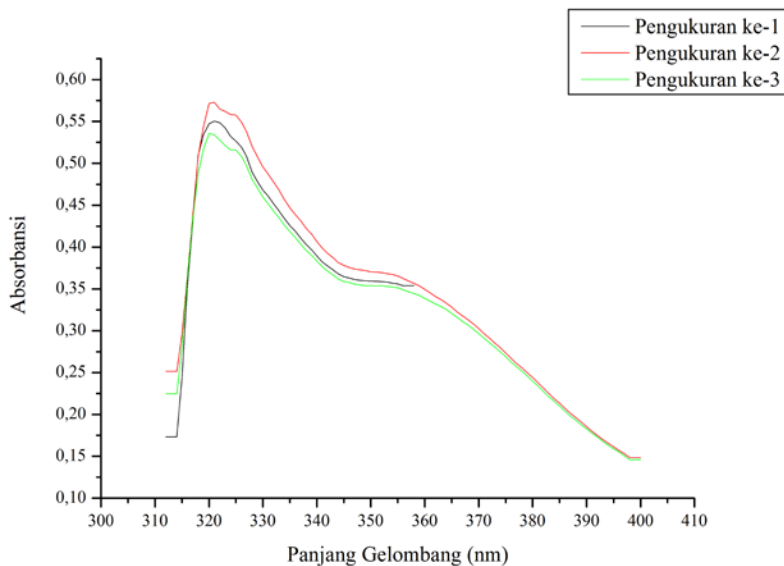
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)-fenantrolin

Pengukuran panjang gelombang maksimum Fe(III)-fenantrolin digunakan instrumen spektroskopi UV-Vis. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang antara 290 nm – 390 nm. Larutan Fe(III)-fenantrolin yang terbentuk berwarna kuning pudar mendekati tidak berwarna sehingga pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang didaerah Ultraviolet (UV) yaitu rentang panjang gelombang 200 nm – 380 nm, sedangkan sinar tampak (*Visible*) memiliki rentang panjang gelombang 380 nm – 780 nm (Owen, 1996).

Pengukuran dilakukan dengan penambahan Fe(III) klorida heksahidrat dan 1,10-fenantrolin sebagai ligan untuk membentuk kompleks. Senyawa Fe(III) klorida heksahidrat akan terionisasi menghasilkan Fe(III) sebagai atom pusat. Pengukuran dengan digunakan larutan standar Fe(III) dengan konsentrasi sebesar 5 ppm. Kemudian penambahan buffer asetat pH 3,5 yang berfungsi untuk menyangga pH larutan. Tingkat keasaman pada pH 3,5 digunakan karena kompleks Fe(III)-fenantrolin memiliki absorbansi yang lebih tinggi pada pH tersebut dibanding dengan pH asam yang lain (Ricma, 2014). Setelah itu, penambahan 5 mL aseton bertujuan untuk menambah kelarutan. Pembuatan kompleks Fe(III)-fenantrolin dibutuhkan pendiaman selama 5 menit agar Fe(III)-fenantrolin dapat terkompleks dengan sempurna. Penelitian sebelumnya menyebutkan bahwa waktu optimum pembentukan kompleks Fe(III)-fenantrolin adalah selama 20 menit sejak pencampuran antara Fe(III) klorida heksahidrat dan 1,10-fenantrolin. Panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) ditunjukkan dengan adanya absorbansi tertinggi yang ditandai dengan adanya puncak yang dapat dilihat pada Gambar 4.1.

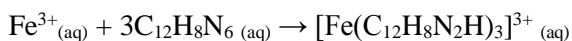


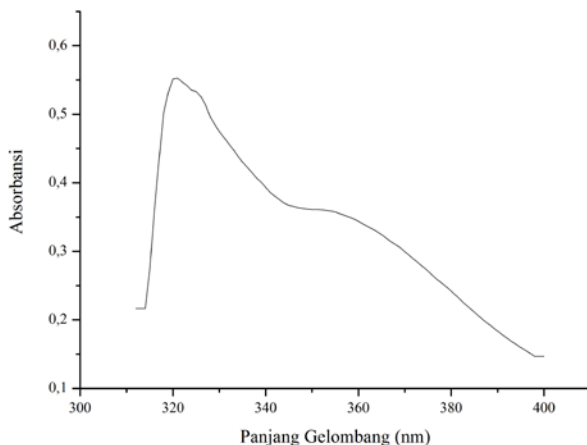
Gambar 4. 1 Panjang Gelombang Maksium Fe(III)-fenantrolin rentang 312-400 nm Interval 1 nm.

Pada pengukuran panjang gelombang maksimum Fe(III)-fenantrolin diatas kemudian diambil rata-rata dari ketiganya. Berikut ini kurva panjang gelombang maksimum rata-rata Fe(III)-fenantrolin pada Gambar 4.2.

Kurva pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) Fe(III)-fenantrolin yang dihasilkan terletak pada 320 nm dengan absorbansi sebesar 0,5500. Panjang gelombang maksimum menunjukkan kepekaan tertinggi dan kesalahan terkecil sehingga pengukurannya akurat dan panjang gelombang ini akan digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

Reaksi yang terjadi pada pembentukan kompleks Fe(III)-fenantrolin adalah sebagai berikut:

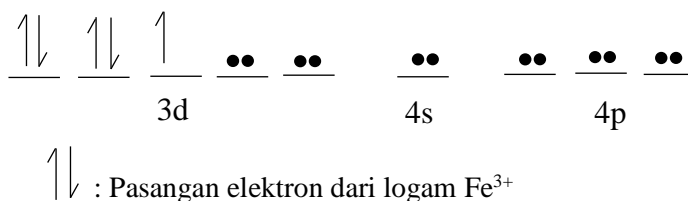




Gambar 4. 2 Panjang Gelombang Maksimum rata-rata Fe(III)-fenantrolin rentang 312-400 nm Interval 1 nm.

Hibridisasi besi yaitu $3d^6 4s^2$ dengan nomor atom 26. Sehingga apabila besi mempunyai bilangan oksidasi sebesar 3+ maka hibridisasinya menjadi $3d^5 4s^0$.

Penambahan ligan 1,10-fenantrolin akan mengisi dua orbital kosong pada Fe^{3+} sehingga membentuk kompleks Fe(III)-fenantrolin yang bersifat paramagnetik yang kurang stabil daripada kompleks Fe(II)-fenantrolin yang bersifat diamagnetik. Hibridisasi kompleks Fe(III)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.3.

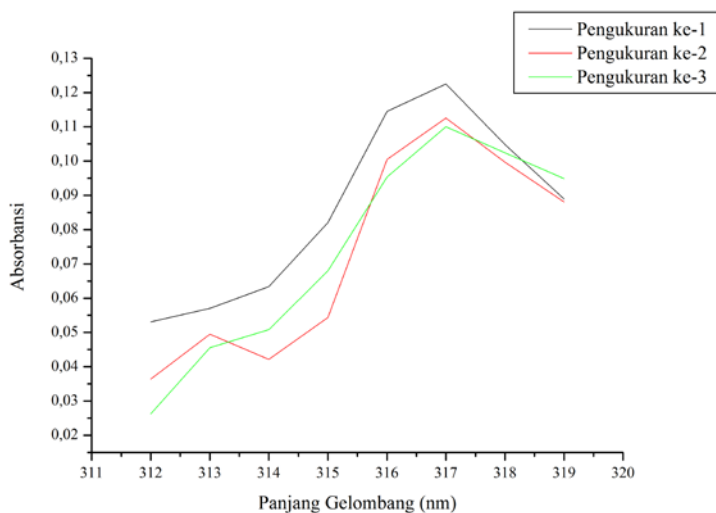


$\bullet\bullet$: Pasangan elektron dari ligan 1,10-fenantrolin

Gambar 4. 3 Hibridisasi Fe(III)-fenantrolin

4.2 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum As(III)-fenantrolin

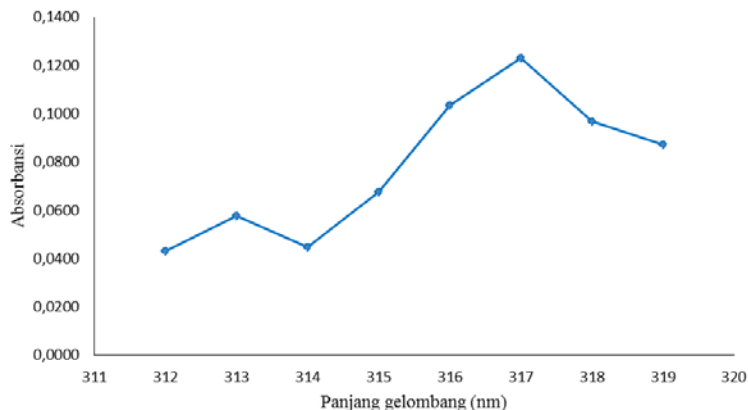
Pengukuran panjang gelombang maksimum As(III)-fenantrolin bertujuan untuk mengetahui apakah ion As^{3+} dapat membentuk kompleks dengan fenantrolin sehingga dapat terjadi kompetisi apabila sengaja ditambahkan ke dalam larutan Fe(III)-fenantrolin. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang 312 nm - 319 nm. Kompleks As(III)-fenantrolin yang terbentuk tidak berwarna sehingga pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang di daerah Ultraviolet (UV) yaitu rentang panjang gelombang 200 nm – 380 nm. Panjang gelombang maksimum ditunjukkan dengan adanya absorbansi tertinggi yang ditandai dengan adanya puncak seperti Gambar 4.4.



Gambar 4. 4 Panjang Gelombang Maksimum As(III)-fenantrolin rentang 312-319 nm Interval 1 nm.

Pada pengukuran panjang gelombang maksimum As(III)-fenantrolin di atas kemudian diambil rata-rata dari ketiganya.

Berikut ini kurva panjang gelombang maksimum rata-rata As(III)-fenantrolin pada Gambar 4.5.



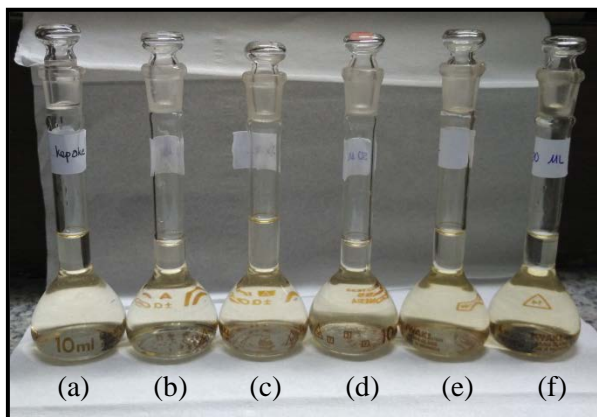
Gambar 4. 5 Panjang Gelombang Maksimum rata-rata As(III)-fenantrolin rentang 312-319 nm Interval 1 nm.

Kurva pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum As(III)-fenantrolin yang dihasilkan terletak pada 317 nm dengan absorbansi sebesar 0,1230. Panjang gelombang maksimum As(III)-fenantrolin yang dihasilkan mendekati panjang gelombang maksimum Fe(III)-fenantrolin yaitu 320 nm. Sehingga, kemungkinan terjadi kompetisi pembentukan senyawa kompleks dengan pengompleks fenantrolin antara As^{3+} yang sengaja ditambahkan dengan Fe^{3+} pada pengukuran Fe(III)-fenantrolin. Pada kondisi seperti ini, ion As^{3+} disebut sebagai ion pengganggu.

4.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(III)-fenantrolin

Kurva kalibrasi dilakukan untuk menentukan besarnya konsentrasi Fe yang tereduksi berdasarkan hasil absorbansi dan membuktikan adanya hukum Lambert-Beer. Suatu kurva kalibrasi menyatakan hubungan antara absorbansi terhadap konsentrasi setelah dianalisis regresi linear dimana nilai linearitas yang baik

mendekati 1. Kurva kalibrasi Fe(III)-fenantrolin dibuat dengan pengukuran kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$ dengan variasi konsentrasi larutan Fe(III) sebesar 0 ppm, 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, 5 ppm, 6 ppm, dan 7 ppm. Pembuatan kurva kalibrasi juga ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin, 1 mL buffer asetat pH 3,5 agar reaksi tetap berjalan optimum dan stabil, dan 5 mL aseton. Warna larutan yang dihasilkan semakin kuning seiring meningkatnya penambahan konsentrasi Fe(III). Berikut ini pengamatan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$ yang terbentuk dari konsentrasi 0 ppm, 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm dan 5 ppm pada Gambar 4.6.



Gambar 4. 6 Warna larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$ dari kiri berturut-turut konsentrasi Fe(III) (a) 0 ppm, (b) 1 ppm, (c) 2 ppm, (d) 3 ppm, (e) 4 ppm, (e) 5 ppm.

Proses reaksi didiamkan selama 5 menit agar kompleks terbentuk sempurna. Selanjutnya dilakukan pengukuran dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan kurun waktu tidak lebih dari 20 menit. Menurut penelitian Ricma (2014), pada waktu menit ke 1 hingga 15, belum semua ion terkomplekskan dengan 1,10-fenantrolin. Pada menit ke 20, absorbansi yang didapat maksimum kemudian pada menit ke 25 hingga 30 mulai

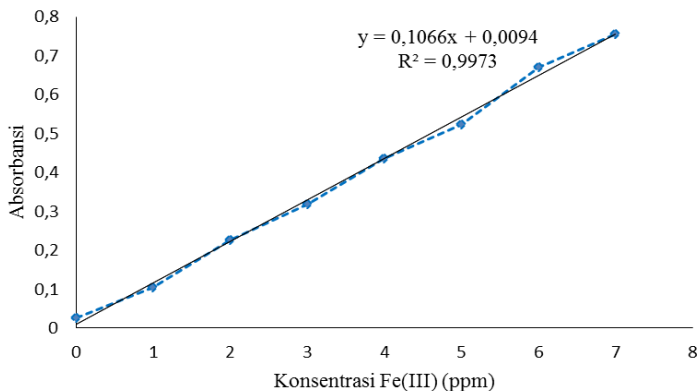
terjadi penurunan absorbansi yang menunjukkan Fe(III)-fenantrolin telah terkomplekskan dan mulai tidak stabil. Oleh sebab itu, dipilihlah waktu optimum 20 menit agar ion Fe(III) dapat terkomplekskan dengan fenantrolin dengan stabil.

Hasil pengukuran pertama kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$ dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4. 1 Data Pengukuran ke-1 Absorbansi Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0,000	0,0000
1,000	0,1040
2,000	0,2270
3,000	0,3190
4,000	0,4350
5,000	0,5240
6,000	0,6700
7,000	0,7560

Dari data Tabel 4.1 tersebut di plot grafik yang ditampilkan pada Gambar 4.7.



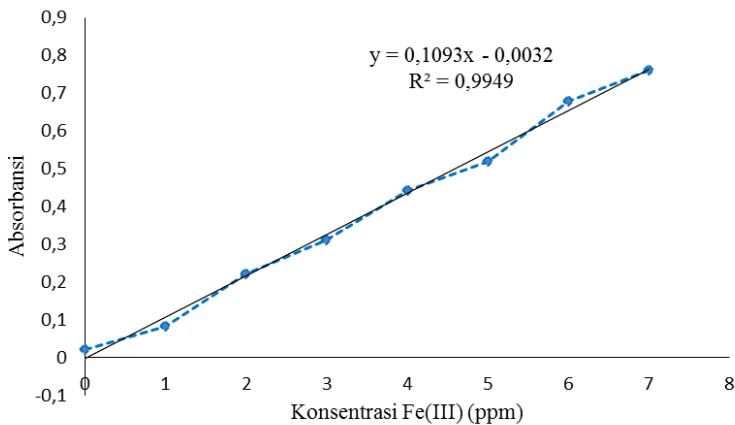
Gambar 4. 7 Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-1 pada Fe(III)-fenantrolin

Hasil pengukuran kedua kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$ dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4. 2 Data Pengukuran ke-2 Absorbansi Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0,000	0,0200
1,000	0,0830
2,000	0,2220
3,000	0,3100
4,000	0,4420
5,000	0,5200
6,000	0,6780
7,000	0,7600

Dari data Tabel 4.2 tersebut di plot grafik yang ditampilkan pada Gambar 4.8.



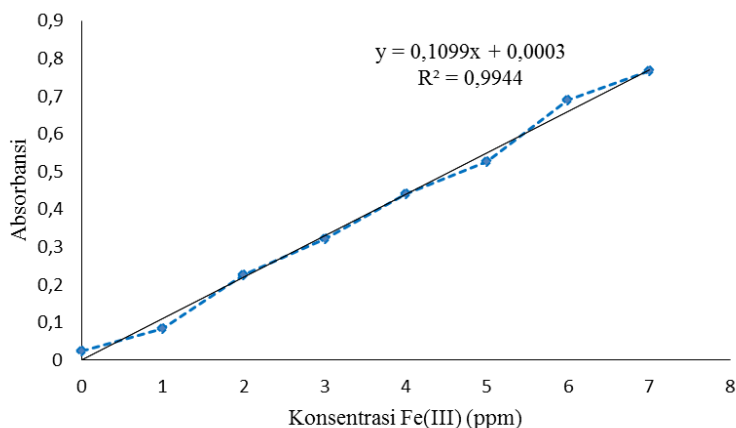
Gambar 4. 8 Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-2 pada Fe(III)-fenantrolin

Hasil pengukuran ketiga kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$ dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4. 3 Data Pengukuran ke-3 Absorbansi Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0,000	0,0250
1,000	0,0840
2,000	0,2260
3,000	0,3220
4,000	0,4410
5,000	0,5260
6,000	0,6890
7,000	0,7660

Dari data Tabel 4.3 tersebut di plot grafik yang ditampilkan pada Gambar 4.9.



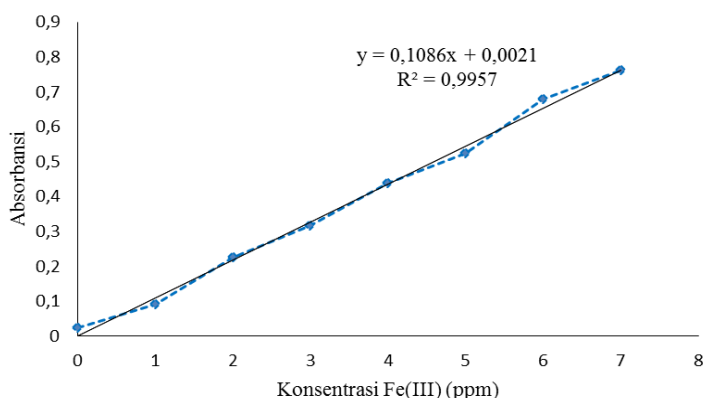
Gambar 4. 9 Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-3 pada Fe(III)-fenantrolin

Dari ketiga pengukuran diatas maka dilakukan perhitungan rata-rata absorbansi yang dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4. 4 Data Pengukuran Absorbansi rata-rata Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{3+}$

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0,000	0,0233
1,000	0,0903
2,000	0,2250
3,000	0,3170
4,000	0,4393
5,000	0,5233
6,000	0,6790
7,000	0,7607

Dari hasil absorbansi pada Tabel 4.4 dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi Fe(III) maka semakin besar absorbansi yang dihasilkan dan dapat diprediksikan bahwa kurva kalibrasi akan berbentuk linier. Apabila diplot suatu grafik linear dengan sumbu x sebagai konsentrasi dan sumbu y sebagai absorbansi maka didapat kurva pada Gambar 4.10.



Gambar 4. 10 Kurva Kalibrasi pada Fe(III)-fenantrolin

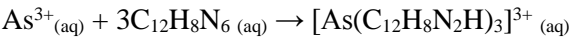
Kurva kalibrasi Fe(III)-fenantrolin diatas menghasilkan persamaan garis linear $y=0,1086x + 0,0021$ dengan regresi (R^2) sebesar 0,9957 dan koefisien korelasi (r) yang diperoleh dari perhitungan sebesar 0,9978. Nilai regresi sebesar 0,9957 menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang linear antara konsentrasi dan absorbansi. Nilai regresi yang baik terletak pada rentang $0,994 \leq R^2 \leq 1$. Nilai koefisien korelasi sebesar 0,9978 menunjukkan hubungan dua variabel yang searah dengan kemiringan positif. Koefisien korelasi pada rentang $-1 \leq r \leq +1$. Nilai +1 menunjukkan korelasi sempurna dengan kemiringan atau slope positif begitu juga sebaliknya (Owen, 1996).

Suatu kurva kalibrasi diuji kelayakannya dengan cara Uji-T dimana untuk mengetahui adanya pengaruh antara dua variabel yaitu konsentrasi dan absorbansi. Uji-T dilakukan dengan nilai n atau sampel sebanyak 8 dan derajat kebebasan sebesar 6 untuk tingkat kepercayaan 95%. Nilai T_{hitung} dan T_{tabel} kemudian dibandingkan dengan Hipotesis awal (H_0) menunjukkan bahwa tidak adanya pengaruh antara dua variabel yaitu konsentrasi dan absorbansi dan H_1 menunjukkan adanya pengaruh antara dua variabel. H_0 diterima apabila nilai $T_{hitung} < T_{tabel}$. H_1 diterima apabila nilai $T_{hitung} > T_{tabel}$. Berdasarkan data hasil kurva kalibrasi diatas diketahui memiliki T_{hitung} sebesar 568,39 dan T_{tabel} sebesar 2,45. Karena $T_{hitung} > T_{tabel}$, maka H_0 ditolak dan H_1 diterima yang berarti menunjukkan bahwa terdapat pengaruh hubungan antara konsentrasi Fe(III) dengan absorbansi sehingga persamaan regresi dari kurva kalibrasi dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi Fe(III) pada pengukuran selanjutnya.

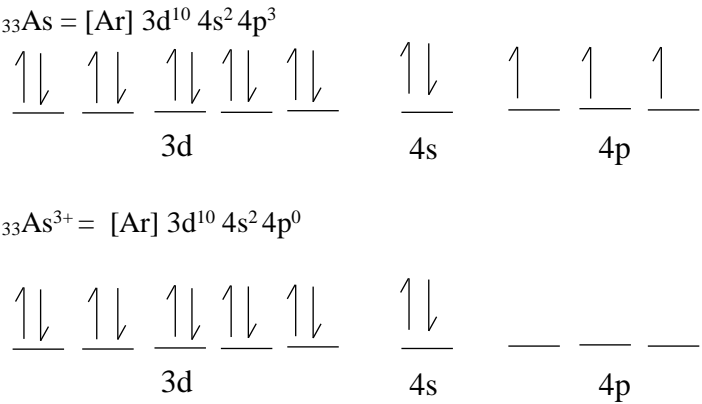
4.4 Pengukuran Pengaruh Ion As^{3+} terhadap kompleks Fe(III)-Fenantrolin

Analisa besi dengan ligan 1,10-fenantrolin dapat diganggu oleh beberapa ion lain. Pada penelitian ini, ion pengganggu yang dipilih adalah ion As^{3+} . As pada umumnya ditemukan dalam bentuk trivalent dan heksavalent. Ion As^{3+} berasal dari As_2O_3 yang berbentuk serbuk halus putih dan dapat

berikatan dengan ligan 1,10-fenantrolin membentuk kompleks tidak berwarna. Panjang gelombang maksimum antara As(III) dan ligan 1,10-fenantrolin sebesar 317 nm dengan absorbansi 0,1290. Reaksi yang terjadi antara As(III) dan fenantrolin adalah sebagai berikut.

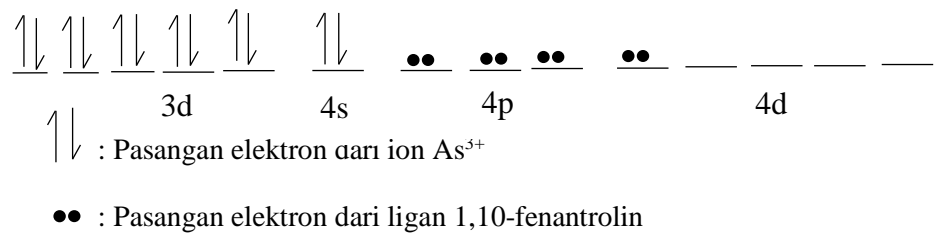


Konfigurasi elektron dan hibridisasi As^{3+} dengan fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.11.



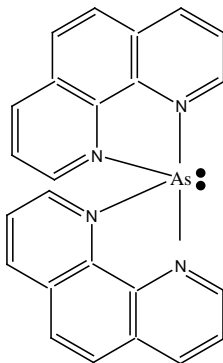
Gambar 4. 11 Konfigurasi elektron dan hibridisasi As^{3+}

Kemungkinan hibridisasi As(III)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.12.



Gambar 4. 12 Hibridisasi As(III)-fenantrolin

Kemungkinan hibridisasi dari senyawa kompleks As(III)-fenantrolin adalah sp^3d yang memberikan bentuk geometri trigonal bipiramidal. Bentuk trigonal bipiramidal dari As(III)-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 4.13 dibawah ini.



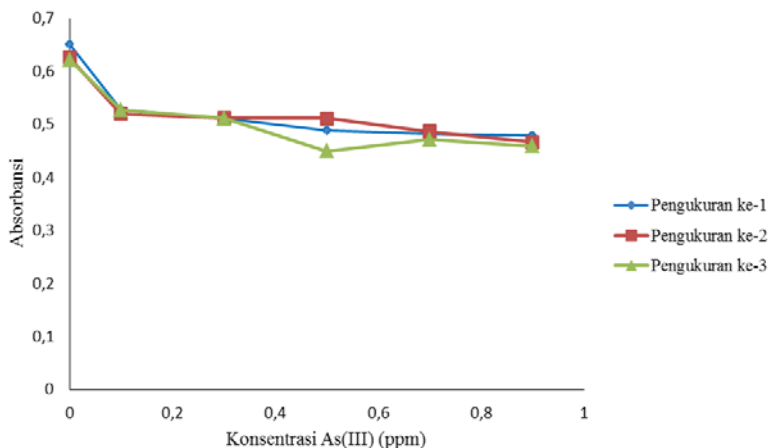
Gambar 4. 13 Kemungkinan geometri trigonal bipiramdal As(III)-fenantrolin

Ion As^{3+} ditambahkan untuk mengetahui seberapa besar konsentrasi As^{3+} yang dapat mengganggu analisa pengukuran Fe(III)-fenantrolin. Adanya orbital d yang sudah terisi penuh pada ion As^{3+} dapat menyebabkan elektron tersebut didesak keluar oleh pasangan elektron bebas dari ligan kuat senyawa 1,10-fenantrolin sehingga ion As^{3+} dapat membentuk kompleks yang lebih stabil dengan ligan 1,10-fenantrolin dibandingkan dengan Fe(III). Hal tersebut mengakibatkan adanya kompetisi dalam pembentukan senyawa kompleks dengan fenantrolin. Oleh sebab itu dibuat variasi konsentrasi ion As^{3+} sebesar 0 ppm, 0,1 ppm, 0,3 ppm, 0,5 ppm, 0,7 ppm, dan 0,9 ppm. Pengujian tersebut menghasilkan data absorbansi pengukuran menggunakan UV-Vis pada Tabel 4.5.

Tabel 4. 5 Data pengukuran absorbansi As^{3+} dalam kompleks $\text{Fe(III)-fenantrolin}$

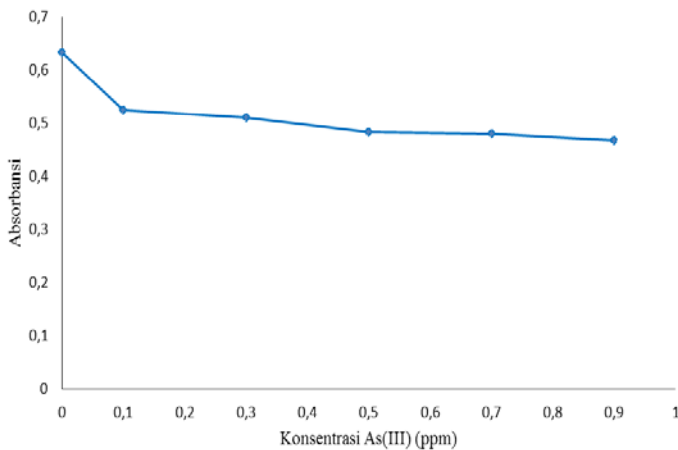
No.	Konsentrasi As(III) (ppm)	A_1	A_2	A_3	$A_{\text{rata-rata}}$
1.	0,0000	0,6500	0,6250	0,6210	0,6320
2.	0,1000	0,5280	0,5200	0,5270	0,5250
3.	0,3000	0,5110	0,5120	0,5110	0,5110
4.	0,5000	0,4880	0,5110	0,4490	0,4830
5.	0,7000	0,4820	0,4860	0,4710	0,4800
6.	0,9000	0,4780	0,4660	0,4590	0,4680

Dari Tabel 4.5 dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi As(III) maka semakin kecil absorbansi yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan karena larutan $\text{As(III)-fenantrolin}$ yang tidak berwarna menyebabkan absorbansinya kecil sekitar 0,123 (Pembahasan 4.2). Ion kompleks $\text{As(III)-fenantrolin}$ yang tidak berwarna dikarenakan As^{3+} telah memiliki orbital d yang telah terisi penuh. Menurut Effendy (2007), senyawa-senyawa kompleks yang tidak berwarna dapat terjadi apabila senyawa tersebut menyerap sinar di daerah ultraviolet ($\lambda < 380 \text{ nm}$). Selain itu, apabila atom pusat memiliki orbital d yang telah terisi penuh oleh elektron atau orbital d yang tidak terisi elektron menyebabkan kompleks yang tidak berwarna. Sehingga, ion As^{3+} yang sengaja ditambahkan kedalam $\text{Fe(III)-fenantrolin}$ mengalami penurunan intensitas warna pada kompleks tersebut yang ditandai dengan adanya penurunan absorbansi yang dihasilkan. Hal ini dapat diprediksikan bahwa adanya gangguan dari ion As(III) pada pengukuran kompleks $\text{Fe(III)-fenantrolin}$. Apabila diplot suatu grafik linear dengan sumbu x sebagai konsentrasi dan sumbu y sebagai absorbansi maka didapat kurva pada Gambar 4.14.



Gambar 4. 14 Pengaruh Ion As^{3+} terhadap Absorbansi Fe(III)-fenantrolin

Pada pengukuran pengaruh ion As^{3+} terhadap absorbansi Fe(III)-fenantrolin yang dilakukan tiga kali kemudian diambil rata-rata dari ketiganya. Berikut ini kurva pengaruh ion As^{3+} terhadap absorbansi rata-rata Fe(III)-fenantrolin pada Gambar 4.15.



Gambar 4. 15 Pengaruh Ion As^{3+} terhadap Absorbansi rata-rata Fe(III)-fenantrolin

Dari data absorbansi pada Tabel 4.5 dapat diketahui Persentase *recovery* Fe^{3+} dengan menghitung konsentrasi Fe^{3+} yang ditambahkan dengan ion As^{3+} . Penentuan nilai *recovery* diperlukan untuk mengetahui tingkat keakuratan hasil suatu pengukuran. Hal ini penting karena dari nilai *recovery* dapat diketahui metode yang digunakan baik atau buruk. Nilai *recovery* hasil pengukuran tidak harus tepat 100%. Nilai *recovery* hasil pengukuran analit pada level ppm dengan tingkat kepercayaan sebesar 95% dianggap baik jika berada pada rentang 80-120% (AOAC, 2002). Data % *recovery* Fe^{3+} akibat pengaruh penambahan ion As^{3+} ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4. 6 Persentase *recovery* Fe^{3+} akibat pengaruh Ion As^{3+}

Konsentrasi As^{3+} (ppm)	Konsentrasi Fe terukur (ppm)	% <i>Recovery</i>
0,0000	5,8002	100,00 %
0,1000	4,8149	83,01 %
0,3000	4,6860	80,79 %
0,5000	4,4282	76,53 %
0,7000	4,4006	75,87 %
0,9000	4,2901	73,96 %

Dalam pengukuran Fe(III) pada batuan, digunakan standar *recovery* sebesar 80% sedangkan dalam pengukuran Fe(III) pada makanan digunakan standar *recovery* sebesar 95-105% (AOAC, 2002). Dari Tabel 4.6 dapat diketahui bahwa pada konsentrasi 0,1 ppm Persentase *recovery* hanya sebesar 83,01 % yang menunjukkan bahwa Persentase *recovery* ini tidak cocok digunakan untuk pengukuran Fe(III) dalam makanan. Sehingga pada penelitian ini, digunakan standar pengukuran Fe(III) pada batuan dimana pada konsentrasi 0,5 ppm As^{3+} yang ditambahkan, menunjukkan penurunan Persentase *recovery* sebesar 76,53 %. Hal ini membuktikan bahwa ion As^{3+} mempengaruhi penurunan absorbansi pengukuran kompleks Fe(III)-fenantrolin. Semakin

besar konsentrasi ion As^{3+} yang ditambahkan maka semakin mengganggu pengukuran kompleks Fe(III)-fenantrolin.

Simpangan Baku Relatif (RSD) dan Koefisien Variasi (CV) dapat digunakan untuk mengetahui kesesuaian atau presisi antara hasil uji individual. Batas maksimal RSD adalah 20 ppt sedangkan CV adalah 2%. Apabila lebih dari kedua nilai tersebut maka hasil uji dapat dikatakan kurang presisi (Riyanto, 2014).

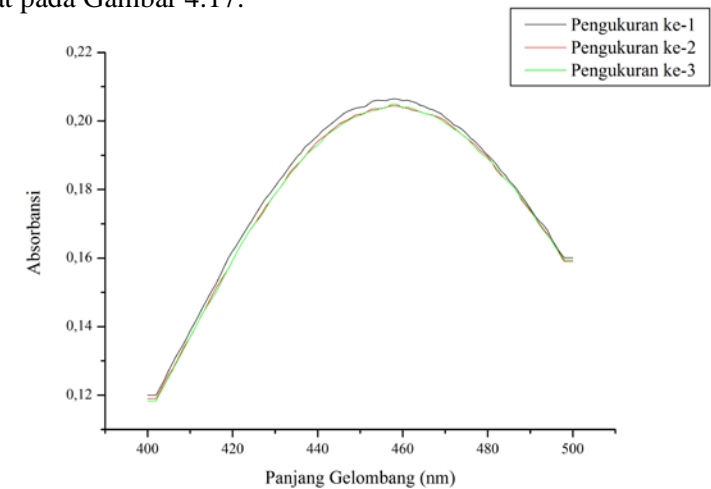
4.5 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)-tiosianat

Pengukuran panjang gelombang maksimum Fe(III)-tiosianat dilakukan pada rentang panjang gelombang antara 400 nm – 500 nm. Rentang panjang gelombang tersebut sesuai dengan warna komplementer yang dihasilkan oleh senyawa kompleks Fe(III)-tiosianat yaitu berwarna merah. Fe(III)-tiosianat yang terbentuk pada penelitian ini adalah berwarna merah pudar sehingga pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang daerah visibel.

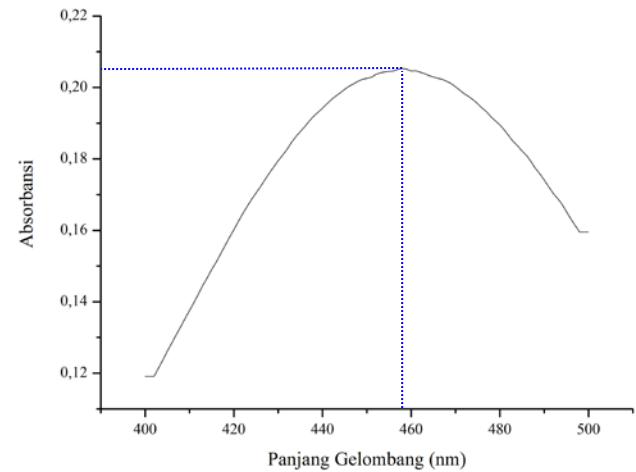
Pengukuran dilakukan dengan penambahan Fe(III) klorida heksahidrat dan kalium tiosianat sebagai ligan untuk membentuk kompleks. Fe(III) klorida heksahidrat akan terionisasi menghasilkan Fe(III) sebagai atom pusat. Pengukuran dengan digunakan larutan standar Fe(III) dengan konsentrasi sebesar 5 ppm. Kemudian penambahan HNO_3 65% sebanyak 1 tetes sebagai kondisi optimum keasaman untuk menjaga kestabilan kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})_6^{3-}$. Larutan kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})_6^{3-}$ relatif stabil pada pH 2 (Hikmanita, 2014). Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Indrianti pada tahun 2014, waktu optimum pembentukan kompleks Fe(III)-tiosianat adalah selama 15 menit sejak pencampuran antara Fe(III) heksahidrat dan kalium tiosianat. Panjang gelombang maksimum ditunjukkan dengan adanya absorbansi tertinggi yang ditandai dengan adanya puncak seperti Gambar 4.16.

Pada pengukuran panjang gelombang maksimum Fe(III)-tiosianat diatas kemudian diambil rata-rata dari ketiganya. Berikut

ini kurva panjang gelombang maksimum rata-rata Fe(III)-tiosianat pada Gambar 4.17.



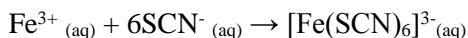
Gambar 4. 16 Panjang Gelombang Maksium Fe(III)-tiosianat



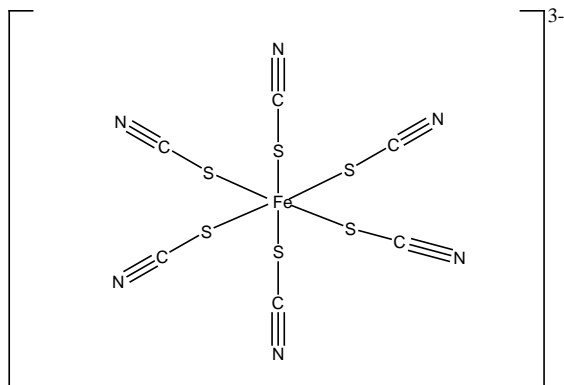
Gambar 4. 17 Panjang Gelombang Maksimum rata-rata Fe(III)-tiosianat rentang 400-500 nm Interval 1 nm.

Kurva pada Gambar 4.17 menunjukkan bahwa serapan maksimum kompleks Fe(III)-tiosianat terjadi pada panjang gelombang 458 nm dengan absorbansi sebesar 0,2060. Pada panjang gelombang ini yang kemudian digunakan sebagai dasar pengukuran selanjutnya, karena pada panjang gelombang 458 nm memberikan kepekaan analisis yang maksimum sehingga dihasilkan kesalahan yang kecil. Pada penelitian yang dilakukan oleh Indrianti (2014), kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 460 nm.

Reaksi yang terjadi pada pembentukan kompleks Fe(III)-tiosianat adalah sebagai berikut:



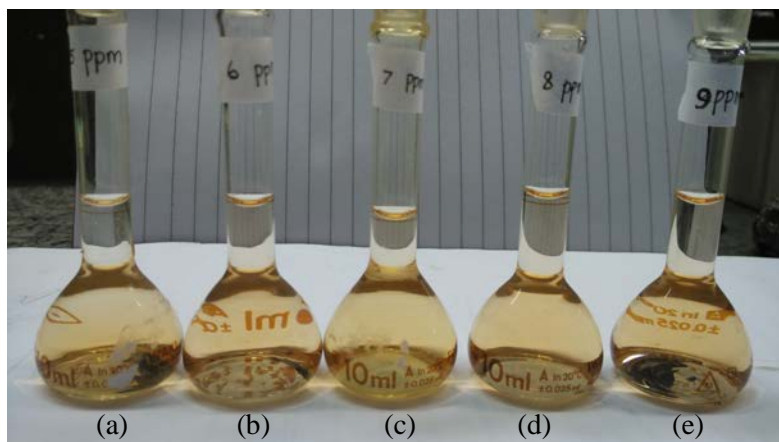
Kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ memiliki struktur oktahedral karena adanya 6 PEB dari ligan SCN^- . Kompleks ini bersifat paramagnetik yang kemagnetikannya setara dengan adanya sebuah elektron tidak berpasangan. Oleh sebab itu, pembentukan kompleks ini melibatkan eksitasi dan hibridisasi d^2sp^3 . Berikut ini Gambar 4.18 bentuk geometri kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$.



Gambar 4. 18 Bentuk Geometri kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$

4.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(III)-tiosianat

Kurva kalibrasi Fe(III)-tiosianat dibuat dengan metode yang sama seperti sebelumnya yaitu pengukuran kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ dengan variasi konsentrasi larutan Fe(III) sebesar 5 ppm, 6 ppm, 7 ppm, 8 ppm, dan 9 ppm. Warna larutan yang dihasilkan semakin merah seiring dengan meningkatnya penambahan konsentrasi Fe(III). Berikut ini pengamatan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ yang terbentuk dari konsentrasi 5 ppm, 6 ppm, 7 ppm, 8 ppm, dan 9 ppm pada Gambar 4.19.



Gambar 4. 19 Warna larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ dari kiri berturut-turut konsentrasi Fe(III) (a) 5 ppm, (b) 6 ppm, (c) 7 ppm, (d) 8 ppm, (e) 9 ppm.

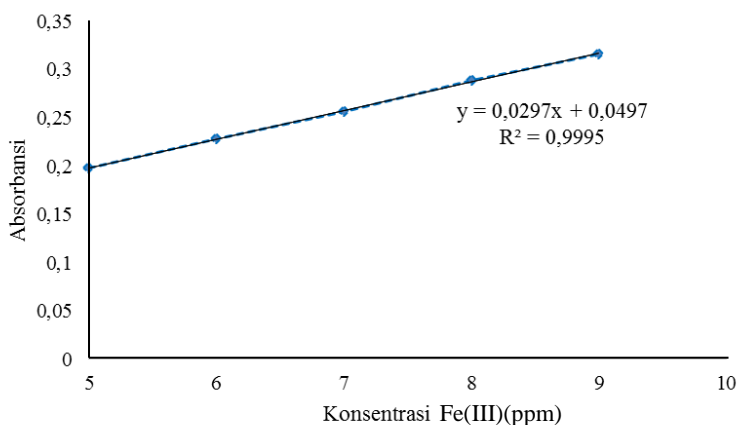
terbentuk sempurna. Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali pada panjang gelombang 458 nm.

Hasil pengukuran pertama kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ dapat dilihat pada Tabel 4.7.

Tabel 4. 7 Data Pengukuran ke-1 Absorbansi Kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
5,000	0,1980
6,000	0,2280
7,000	0,2570
8,000	0,2890
9,000	0,3160

Dari data Tabel 4.7 tersebut di plot grafik yang ditampilkan pada Gambar 4.20.



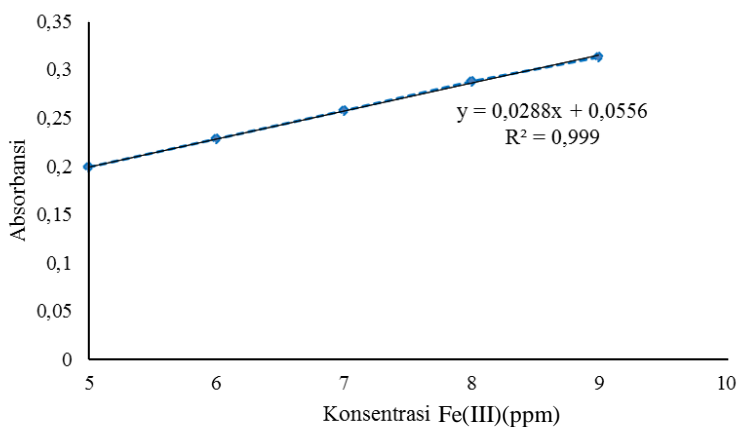
Gambar 4. 20 Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-1 pada Fe(III)-tiosianat

Hasil pengukuran kedua kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ dapat dilihat pada Tabel 4.8.

Tabel 4. 8 Data Pengukuran ke-2 Absorbansi Kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
5,000	0,1990
6,000	0,2280
7,000	0,2580
8,000	0,2880
9,000	0,3130

Dari data Tabel 4.8 tersebut di plot grafik yang ditampilkan pada Gambar 4.21.



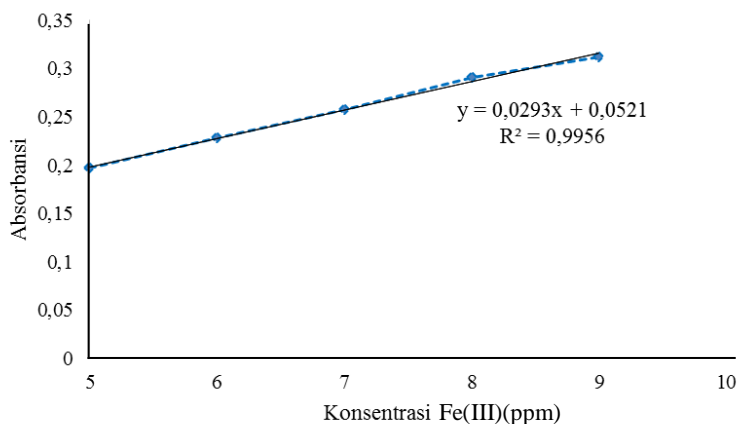
Gambar 4. 21 Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-2 pada Fe(III)-tiosianat

Hasil pengukuran ketiga kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ dapat dilihat pada Tabel 4.9.

Tabel 4. 9 Data Pengukuran ke-3 Absorbansi Kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
5,000	0,1970
6,000	0,2280
7,000	0,2580
8,000	0,2910
9,000	0,3120

Dari data Tabel 4.9 tersebut di plot grafik yang ditampilkan pada Gambar 4.22.



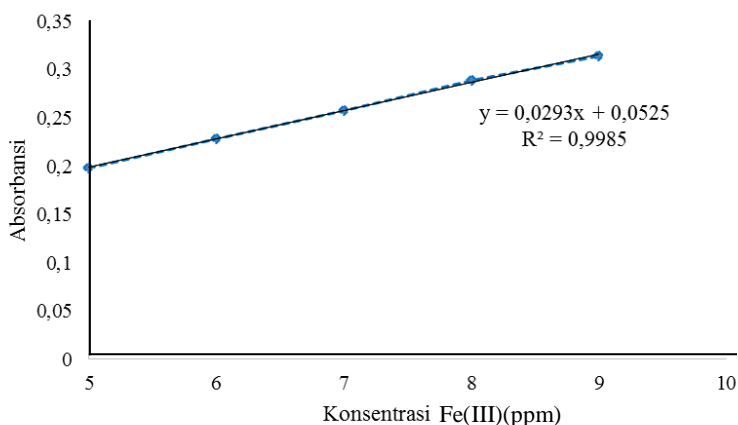
Gambar 4. 22 Kurva Kalibrasi Pengukuran ke-3 pada Fe(III)-tiosianat

Dari ketiga pengukuran diatas maka dilakukan perhitungan rata-rata absorbansi yang dapat dilihat pada Tabel 4.10.

Tabel 4. 10 Data Pengukuran Absorbansi rata-rata Kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
5,000	0,1980
6,000	0,2280
7,000	0,2580
8,000	0,2890
9,000	0,3140

Dari data Tabel 4.10 tersebut di plot grafik yang ditampilkan pada Gambar 4.23 berikut ini.



Gambar 4. 23 Kurva Kalibrasi pada Fe(III)-tiosianat

Kurva kalibrasi Fe(III)-tiosianat diatas menghasilkan persamaan garis linear $y = 0,0293x + 0,0525$ dengan regresi (R^2) sebesar 0,9985 dan koefisien korelasi (r) yang diperoleh sebesar 0,9992. Nilai regresi sebesar 0,9985 menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang linear antara konsentrasi dan absorbansi sesuai

dengan persamaan hukum Lambert Beer yaitu absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi.

Uji-T dilakukan dengan nilai n atau sampel sebanyak 5 dan derajat kebebasan sebesar 3 untuk tingkat kepercayaan 95%. Nilai T_{hitung} dan T_{tabel} kemudian dibandingkan dengan Hipotesis awal (H_0) menunjukkan bahwa tidak adanya pengaruh antara dua variable yaitu konsentrasi dan absorbansi dan H_1 menunjukkan adanya pengaruh antara dua variabel. H_0 diterima apabila nilai $T_{hitung} < T_{tabel}$. H_1 diterima apabila nilai $T_{hitung} > T_{tabel}$. Berdasarkan data hasil kurva kalibrasi diatas diketahui memiliki T_{hitung} sebesar 50 dan T_{tabel} sebesar 3,18. Karena $T_{hitung} > T_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan H_1 diterima yang berarti menunjukkan bahwa terdapat pengaruh hubungan antara konsentrasi Fe(III) dengan absorbansi sehingga persamaan regresi dari kurva kalibrasi dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi Fe(III) pada pengukuran selanjutnya.

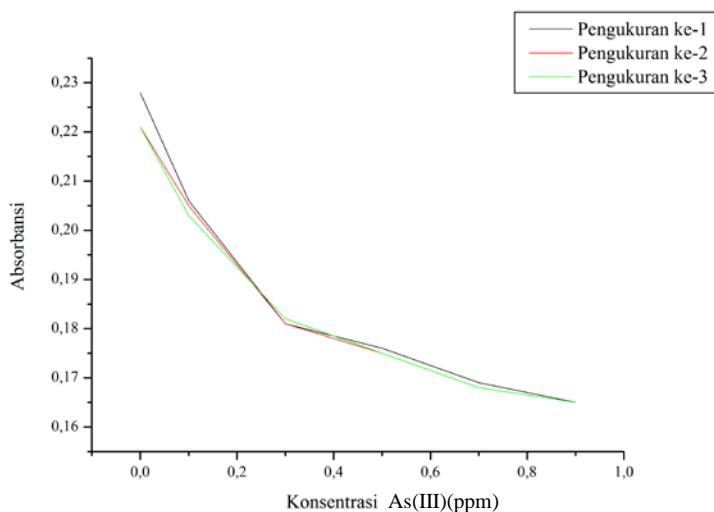
4.7 Pengukuran Pengaruh Ion As^{3+} terhadap kompleks Fe(III)-tiosianat

Pengukuran pengaruh ion As^{3+} terhadap kompleks Fe(III)-tiosianat menggunakan metode yang sama halnya dengan kompleks Fe(III)-fenantrolin. Data pengaruh ion As^{3+} ditunjukkan pada Tabel 4.11.

Tabel 4. 11 Data pengukuran absorbansi As^{3+} dalam kompleks

Konsentrasi As(III) (ppm)	A ₁	A ₂	A ₃	A rata-rata
0,0000	0,2280	0,2210	0,2210	0,2230
0,1000	0,2060	0,2050	0,2030	0,2050
0,3000	0,1810	0,1810	0,1820	0,1810
0,5000	0,1760	0,1750	0,1750	0,1750
0,7000	0,1690	0,1680	0,1680	0,1680
0,9000	0,1650	0,1650	0,1650	0,1650

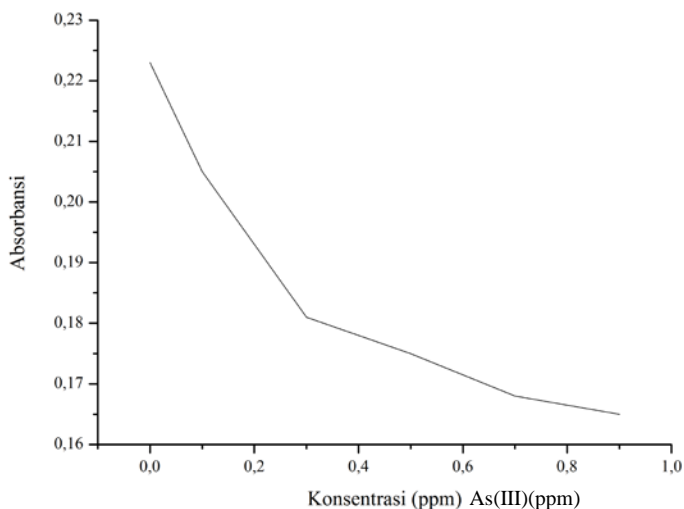
Pada Tabel 4.11 dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi As(III) maka semakin kecil absorbansi yang dihasilkan sehingga dapat diprediksikan bahwa adanya gangguan dari ion As(III) pada pengukuran kompleks Fe(III) -tiosianat. Apabila diplot suatu grafik linear dengan sumbu x sebagai konsentrasi dan sumbu y sebagai absorbansi maka didapat kurva pada Gambar 4.24.



Gambar 4. 24 Pengaruh Ion As^{3+} terhadap Absorbansi Fe(III) -tiosianat

Pada pengukuran pengaruh ion As^{3+} terhadap absorbansi Fe(III) -tiosianat yang dilakukan tiga kali kemudian diambil rata-rata dari ketiganya. Berikut ini kurva pengaruh ion As^{3+} terhadap absorbansi rata-rata Fe(III) -tiosianat pada Gambar 4.25.

Dari data absorbansi pada Tabel 4.11 dapat diketahui Persentase *recovery* Fe^{3+} dengan menghitung konsentrasi Fe^{3+} yang ditambahkan dengan ion As^{3+} . Data % *recovery* Fe^{3+} akibat pengaruh penambahan ion As^{3+} ditunjukkan pada Tabel 4.12.



Gambar 4. 25 Pengaruh Ion As^{3+} terhadap Absorbansi rata-rata Fe(III) -tiosianat

Tabel 4. 12 Data % recovery Fe^{3+} akibat pengaruh penambahan ion As^{3+}

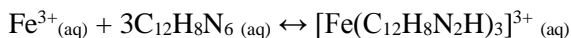
Konsentrasi As^{3+} (ppm)	Konsentrasi Fe terukur (ppm)	% Recovery
0,0000	5,8191	100,00 %
0,1000	5,2048	89,44 %
0,3000	4,3857	75,36 %
0,5000	4,1809	71,84 %
0,7000	3,9419	67,74 %
0,9000	3,8396	65,98 %

Dari Tabel 4.12 dapat diketahui bahwa pada konsentrasi 0,1 ppm Persentase *recovery* hanya sebesar 89,44% yang menunjukkan bahwa Persentase *recovery* ini tidak cocok digunakan untuk pengukuran Fe(III) dalam makanan. Sehingga pada penelitian ini, digunakan standar pengukuran Fe(III) pada batuan dimana pada konsentrasi 0,3 ppm As^{3+} yang ditambahkan, menunjukkan penurunan Persentase *recovery* sebesar 75,36 %.

Nilai recovery ini menyimpang dari rentang standart yang telah ada yaitu 80-120 % (AOAC, 2002). Hal ini membuktikan bahwa ion As^{3+} mempengaruhi penurunan pengukuran absorbansi kompleks Fe(III)-tiosianat. Semakin besar konsentrasi ion As^{3+} yang ditambahkan maka semakin mengganggu pengukuran kompleks Fe(III)-tiosianat.

4.8 Penentuan Konstanta Kestabilan Kompleks Fe(III)-fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat akibat Pengaruh Ion As^{3+}

Konstanta kestabilan senyawa kompleks dapat ditentukan dengan menggunakan konsentrasi kompleks Fe(III) baik dengan ligan 1,10-fenantrolin dan tiosianat yang telah diganggu oleh ion As^{3+} . Berikut ini hasil perhitungan konstanta kestabilan senyawa kompleks Fe(III)-fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat.



Diketahui : $[\text{Fe}^{3+}] = 5 \text{ ppm}$

$[\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_6] = 150 \text{ ppm}$

$[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H})_3]^{3+} = 5,8002 \text{ ppm}$

Jawab:

$$K_c = \frac{[[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H})_3]^{3+}]}{[\text{Fe}^{3+}] \cdot [\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2]^3}$$

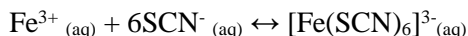
$$K_c = \frac{5,8002}{5 \cdot (150)^3}$$

$$K_c = 3,4372 \cdot 10^{-7}$$

Data hasil perhitungan selanjutnya ditampilkan dalam Tabel 4.13 dengan konsentrasi Fe(III) dan ligan 1,10 fenantrolin yang digunakan adalah tetap.

Tabel 4. 13 Konstanta Kestabilan Senyawa Kompleks Fe(III)-fenantrolin akibat ion Pengganggu As^{3+}

No.	Konsentrasi $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H})_3]^{3+}$	Kc
1.	5,8002	$3,4372 \cdot 10^{-7}$
2.	4,8149	$2,8533 \cdot 10^{-7}$
3.	4,6860	$2,7769 \cdot 10^{-7}$
4.	4,4282	$2,6241 \cdot 10^{-7}$
5.	4,4006	$2,6077 \cdot 10^{-7}$
6.	4,2901	$2,5423 \cdot 10^{-7}$
Kc rata-rata		$2,8069 \cdot 10^{-7}$



Diketahui : $[\text{Fe}^{3+}] = 5 \text{ ppm}$

$[\text{SCN}^{-}] = 150 \text{ ppm}$

$[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-} = 5,8191 \text{ ppm}$

Jawab:

$$K_c = \frac{[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}}{[\text{Fe}^{3+}] \cdot [\text{SCN}]^6}$$

$$K_c = \frac{5,8191}{5 \cdot (150)^6}$$

$$K_c = 1,0217 \cdot 10^{-13}$$

Data hasil perhitungan selanjutnya ditampilkan dalam Tabel 4.14 dengan konsentrasi Fe(III) dan tiosianat yang digunakan adalah tetap.

Tabel 4. 14 Konstanta Kestabilan Senyawa Kompleks Fe(III)-fenantrolin akibat ion Pengganggu As^{3+}

No.	Konsentrasi $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$	Kc
1.	5,8191	$1,0217 \cdot 10^{-13}$
2.	5,2048	$9,1387 \cdot 10^{-14}$
3.	4,3857	$7,7005 \cdot 10^{-14}$
4.	4,1809	$7,3409 \cdot 10^{-14}$
5.	3,9419	$6,9213 \cdot 10^{-14}$
6.	3,8396	$6,7417 \cdot 10^{-14}$
Kc rata-rata		$8,0101 \cdot 10^{-14}$

Dari hasil perhitungan dapat diketahui bahwa besarnya konstanta kestabilan kompleks Fe(III)-fenantrolin adalah sebesar $2,8069 \cdot 10^{-7}$ dan konstanta kestabilan kompleks Fe(III)-tiosianat adalah sebesar $8,0101 \cdot 10^{-14}$. Hal ini menunjukkan bahwa nilai Kc kompleks Fe(III)-fenantrolin lebih besar daripada nilai Kc kompleks Fe(III)-tiosianat sehingga kompleks Fe(III)-fenantrolin semakin kuat atau semakin stabil kompleks yang terbentuk jika dibandingkan dengan kompleks Fe(III)-tiosianat.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat diketahui bahwa:

1. Ion As^{3+} dapat mengganggu pengukuran besi dalam bentuk kompleks Fe(III)-fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat yang dibuktikan dengan terjadinya penurunan absorbansi pada penambahan konsentrasi ion As^{3+} yang semakin besar.
2. Ion As^{3+} mulai mengganggu pada konsentrasi 0,5 ppm dengan persentase recovery Fe(III)-fenantrolin (panjang gelombang maksimum 320 nm) sebesar 76,53% dan pada konsentrasi 0,3 ppm dengan Persentase recovery Fe(III)-tiosianat (panjang gelombang maksimum 458 nm) sebesar 75,36%.
3. Besarnya nilai konstanta kestabilan kompleks yaitu Kc Fe(III)-fenantrolin = $2,8069 \cdot 10^{-7}$ dan Kc Fe(III)-tiosianat = $8,0101 \cdot 10^{-14}$.

5.2. Saran

Penelitian ini dapat dikembangkan dengan menganalisa gangguan ion lain pada pengukuran Fe dalam makanan.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- AOAC. (2002). *Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals*. Maryland: AOAC.
- Arief, R. (2011). Penelitian Bahan Galian Lain dan Mineral Ikutan pada Wilayah Pertambangan di Kabupaten Minahasa Utara, Provinsi Sulawesi Utara. *Jurnal Mineralogi Sumber Daya Geologi*, Hal.4-5.
- Arofa, H. A. (2013). Pembuatan Tes Kit Tiosianat Berdasarkan Pembentukan Kompleks Merah Besi(III)-tiosianat. *Chemical Journal*, Vol.1 No.2.
- Atkins, P. (2010). *Inorganic Chemistry Fifth Edition*. Oxford: Oxford University Press.
- Atmajadiningrum, I. (2014). Pengaruh Penambahan Ion Kalium dalam Analisis Besi(II) dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4.5 menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, 3.
- Basset, J. (1991). *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: Penerbit EGC Buku Kedokteran.
- Braman, R. (1975). Arsenic in the Environment In: Wolson EA, Ed Arsenical Pesticides. *American Chemical Society*, Ser.No.7.
- Daintith, J. (1997). *Kamus Lengkap Kimia*. Jakarta: Erlangga.
- Day, R. (2002). *Analisa Kimia Kuantitatif Edisi ke-4*. Jakarta: Erlangga.

- Effendy. (2007). *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Gandjar, G. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Getrost, F. (1977). *Organic Reagen For Trace Analysis*. Jerman Darmstat: E.Merck.
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metoda dan Cara Perhitungannya. *Jurnal Farmasi*, Vol.1 Hal.119-122.
- Harvey, D. (2000). *Modern Analytical Chemistry*. USA: The McGraw-Hill Companies.
- Haryadi. (1990). *Dasar-Dasar Kimia Analisis Kuantitatif*. Surabaya: Erlangga.
- Hikmanita, L. (2014). Uji Linieritas, Selektivitas, dan Validitas Metode Analisis Merkuri(II) SecaraSpektrofotometri Berdasarkan Penurunan Absorbansi Kompleks Besi(III-tiosianat. *Kimia Student Journal*, Vol. 2, No. 2 Hal. 492-498.
- Holmes. (1964). Pembuatan Silika Abu Amorf dari Pasir Kuarsa . *Journal Hazardous Material*, Hal.253-262.
- Indrianti, N. (2014). Optimasi Pengukuran Besi dengan Pereaksi Tiosianat dan 1,10-fenantrolin serta Gangguan Beberapa Ion Secara Spektrofotometri Sinar Tampak. *Kimia Student Journal*, 55-60.
- Johnson, D. (1998). Alkyl and Inorganic Arsenic in Air Sample Chemosphere. 333-338.

- Lanny, A. (2008). *Pencemaran Arsen di Lingkungan*. Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama.
- Loo, A. (2012). Spectrofotometric Determination of Mercury with Iodide and Rhodamine B. *Sains Malaysiana*, Vol.41, No.2, Hal.213-218.
- Loughnan, F. (1969). *Chemical Weathering of the Silicate Minerals*. Amsterdam: Elsevier.
- Mulja, M. (1995). *Analisis Instrumental*. Surabaya: Airlangga University Press.
- NAS. (1997). *Medical and Biologic Effects of Inveromental Pollutants: Arsenic*. Washington D.C: National Academy of Science.
- Nelson, R. (1977). Industrial Contribution of Arsenic to the Environment. *Environ Health Perspect*, 31-34.
- Noor, D. (2009). *Pengantar Geologi*. Jakarta: Erlangga.
- Owen, T. (1996). *Fundamentals of UV-Visible Spectroscopy*. California: Hewlett-packard Company.
- Pierson, D. C. (1974). Chemical Uniformity of Airbones Particulate Material and Maritime Effect. *Journal of Nature*, 675-679.
- Rendi, A. (2015). Pengaruh Penambahan Ion Ni(II) dalam Analisis Besi(III) dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 3,5 Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol 4 No 5.
- Ricma, D. (2014). Penentuan Kondisi Optimum pada Pembentukan Kompleks Fe(III)-fenantrolin dengan

Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, 30-32.

- Rifki, A. (2013). Pengaruh Penambahan Al(III) dalam Penentuan Analisa Fe(II) pada pH 4.5 dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin secara Spektrofotometri Sinar Tampak. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol. 5 No. 2.
- Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Skoog, D. (1998). *Fundamentals of Analytical Chemistry 8th Edition*. Inggris: Brooks/ColeThomson Learning.
- Sugiyarto, K. H. (2009). *Kimia Anorganik Logam*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Sukardjo. (1985). *Kimia Koordinasi*. Jakarta: Bina Aksara.
- Svehla, P. (1985). *Analisis Kualitatif Anorganik Makro dan SemiMikro*. Jakarta: Kalman Media Pustaka.
- Underwood, A. (2000). *Analisa Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Jakarta: PT Gelora Aksara Erlangga.
- Vogel, A. I. (1990). *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Jilid I*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Walsh, L. S. (1977). Occurrence and Distribution of Arsenic in Soil and Plants. *Environ Health Perspect*, 67-71.
- Wang, S. (2015). Studi Gangguan Cu(II) pada Analisa Besi(III) dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 3,5 secara spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol.4 No.2.

Wilkinson, C. (2009). *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: UI Press.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

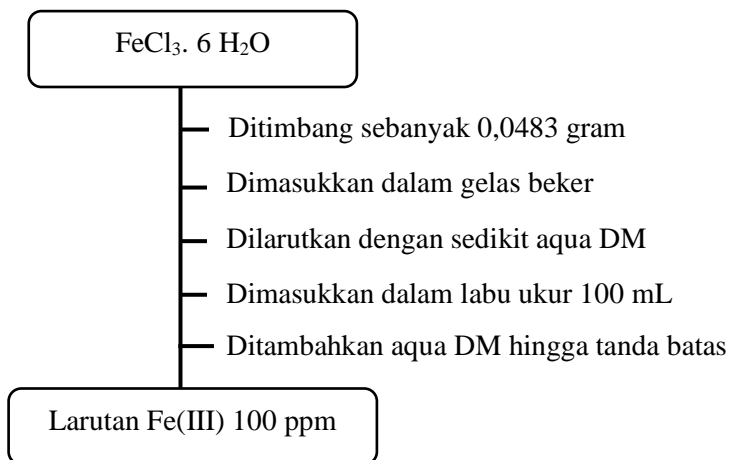
LAMPIRAN

A. Langkah Penelitian

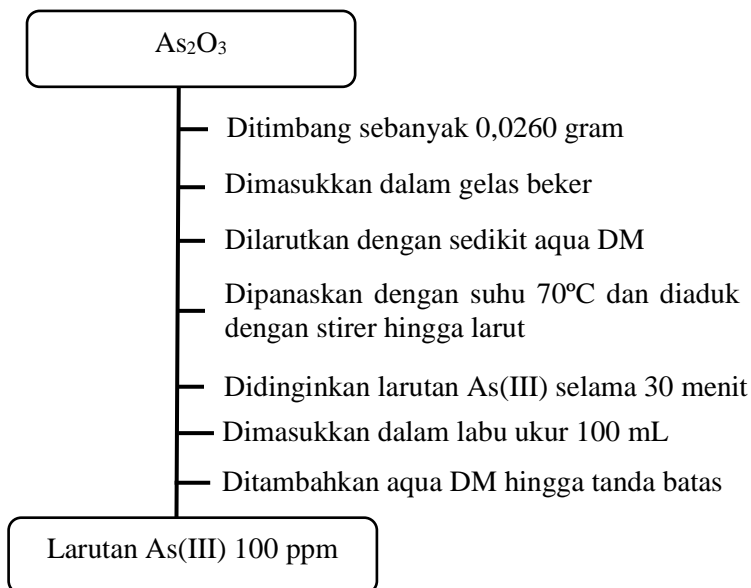
1. Pembuatan larutan standar Fe(III) dan As(III)
2. Pengukuran panjang gelombang maksimum Fe(III)-fenantrolin
3. Pengukuran panjang gelombang maksimum As(III)-fenantrolin
4. Pembuatan kurva kalibrasi Fe(III)-fenantrolin
5. Pengaruh Ion pengganggu As(III) dalam pengukuran Fe(III)-fenantrolin
6. Pengukuran panjang gelombang maksimum Fe(III)-tiosianat
7. Pembuatan kurva kalibrasi Fe(III)-tiosianat
8. Pengaruh Ion pengganggu As(III) dalam pengukuran Fe(III)-tiosianat
9. Penentuan konstanta kestabilan kompleks Fe(III)-fenantrolin dan Fe(III)-tiosianat

B. Skema Kerja

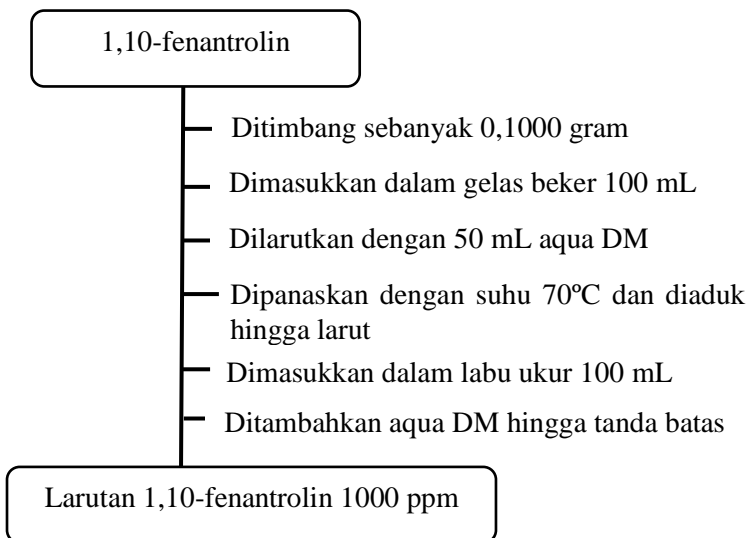
B.1. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm



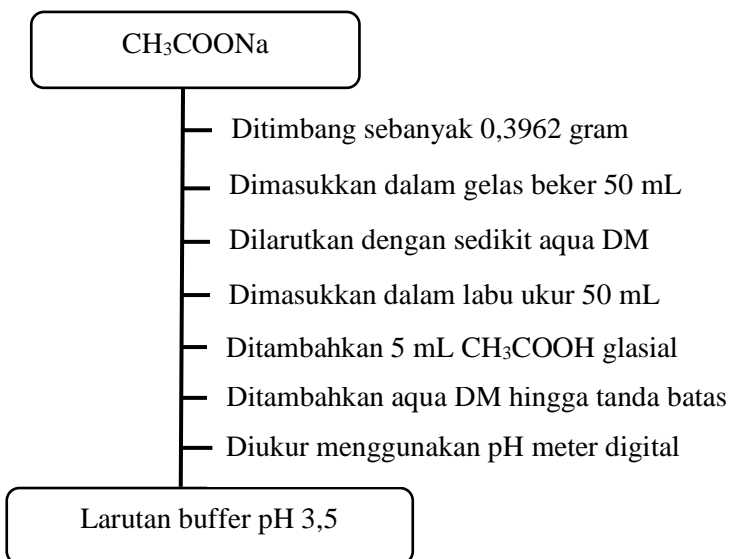
B.2. Pembuatan Larutan Standar As(III) 100 ppm



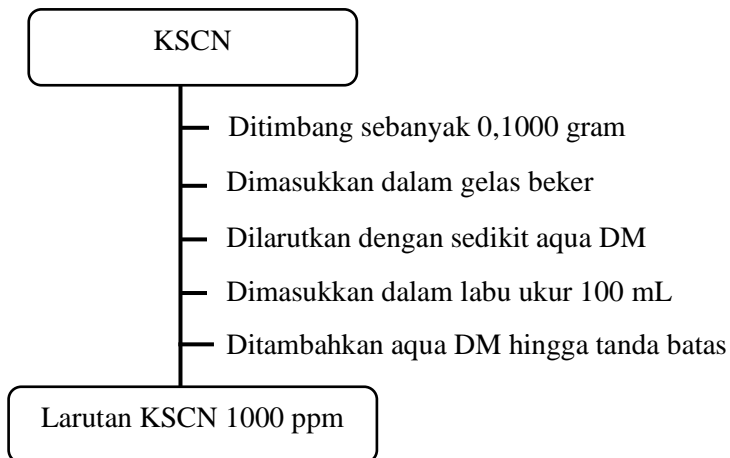
B.3. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm



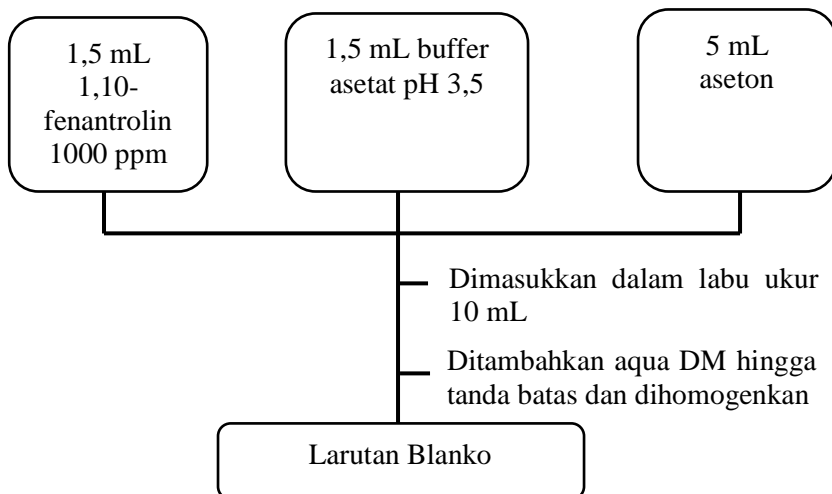
B.4. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5



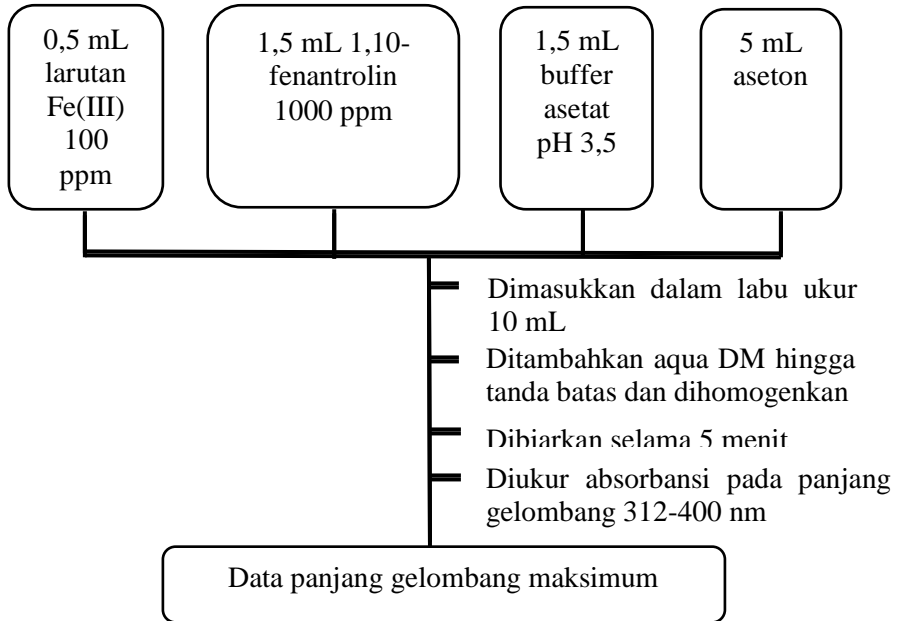
B.5. Pembuatan Larutan KSCN 1000 ppm



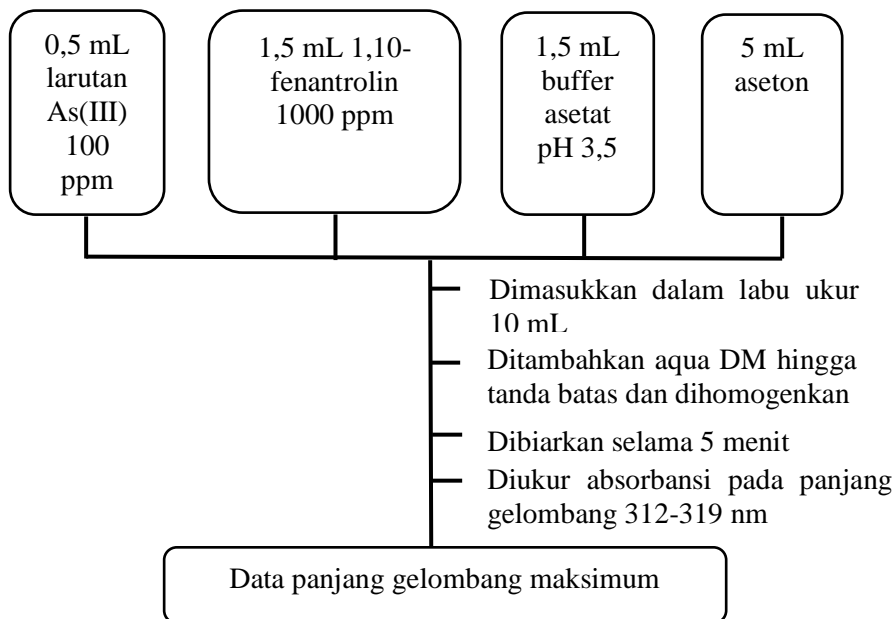
B.6. Pembuatan Larutan Blanko Pengukuran Fe(III)-Fenantrolin



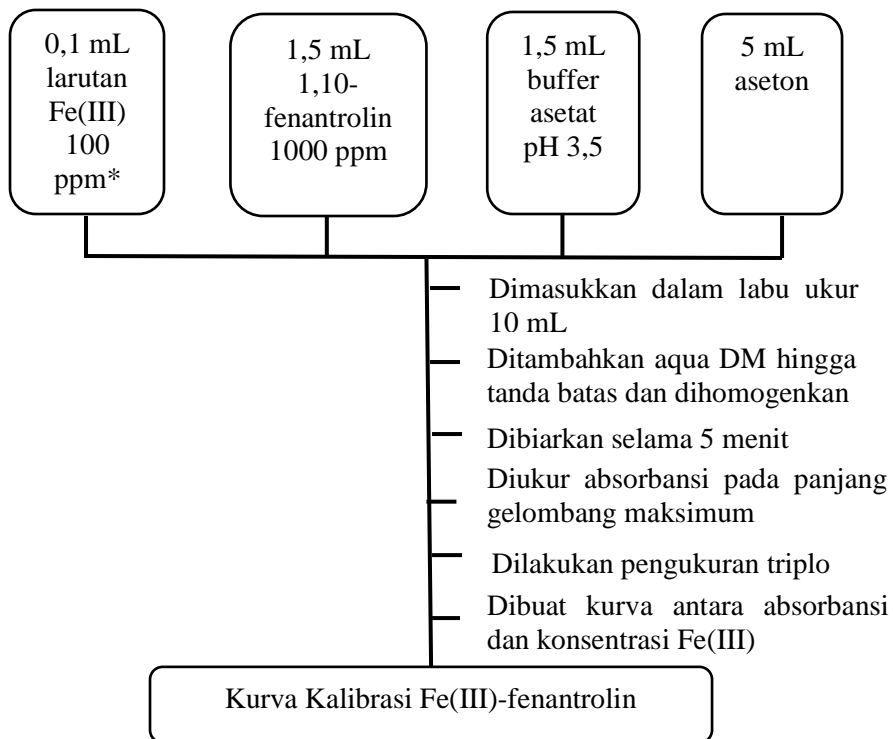
B.7. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)-Fenantrolin



B.8. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum As(III)-Fenantrolin

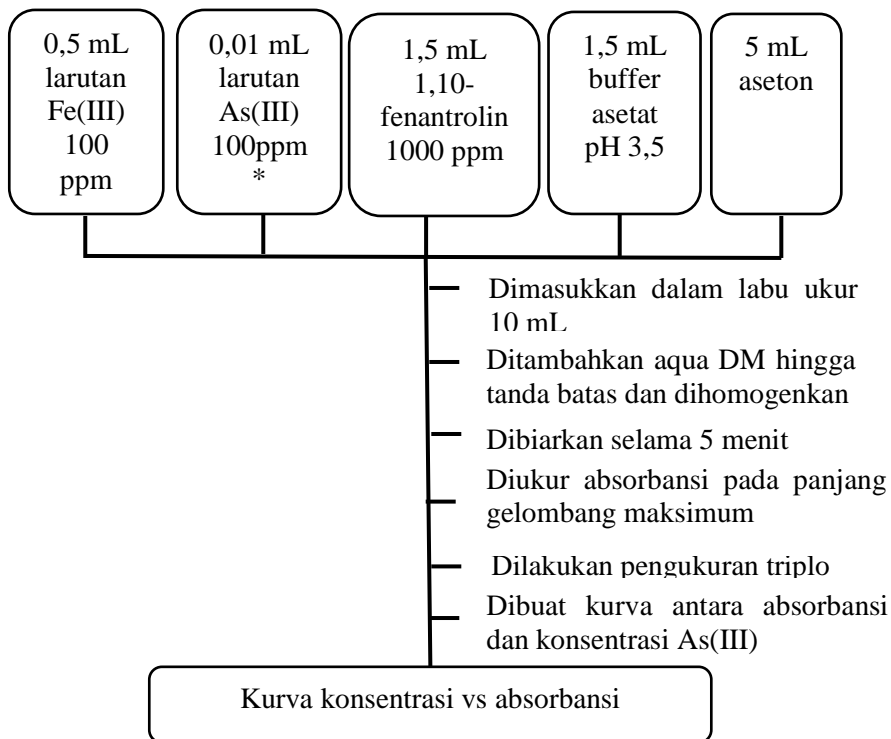


B.9. Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(III)-fenantrolin



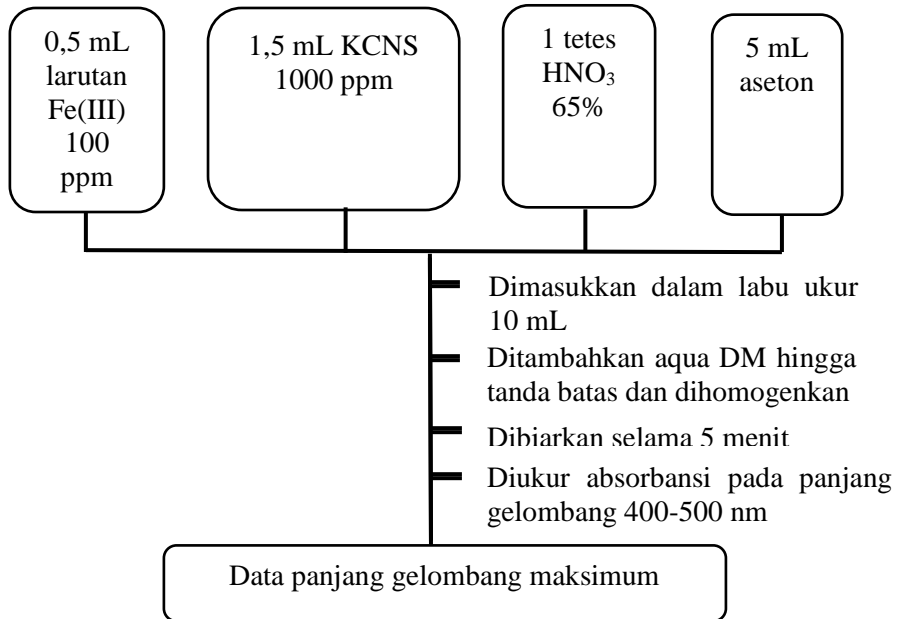
*Variasi volume yang digunakan 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 mL; 0,6 mL dan 0,7 mL

B.10. Pengaruh ion Pengganggu As(III) pada pengukuran Fe(III)-fenantrolin

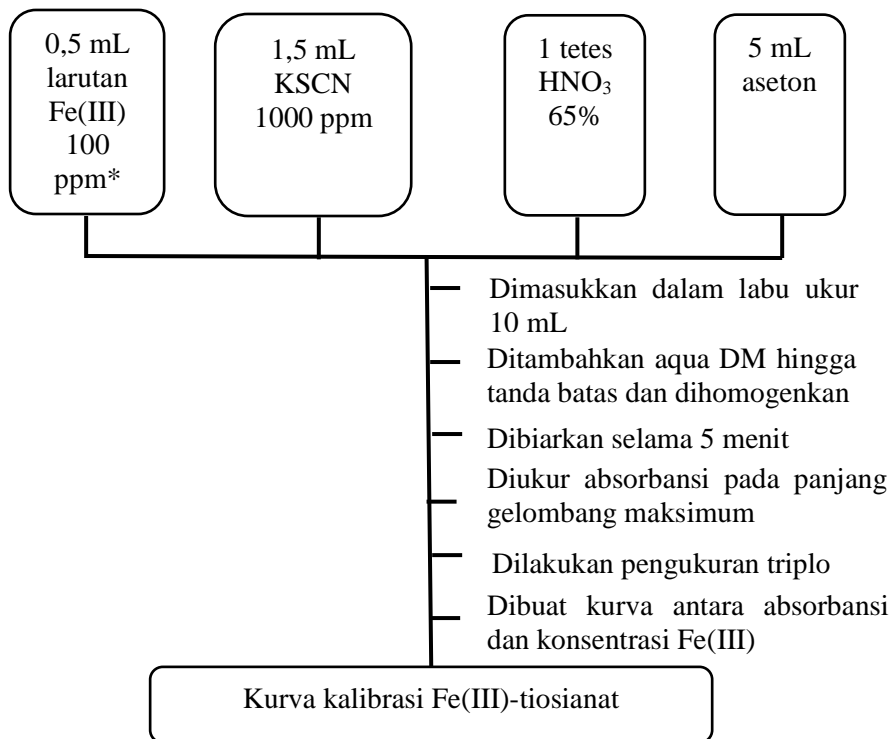


*Variasi volume yang digunakan 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 dan 0,05 mL

B.11. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)-tiosianat

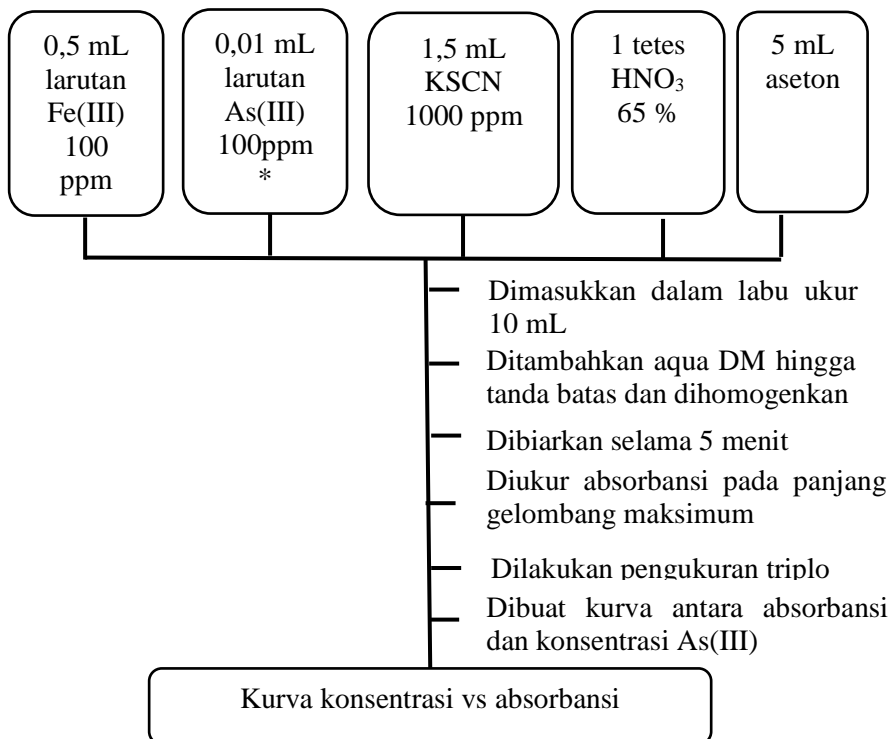


B.12. Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(III)-tiosianat



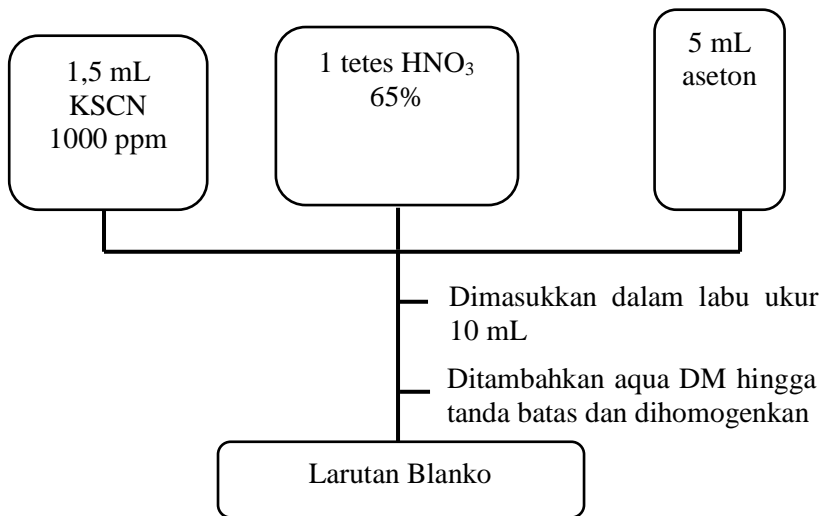
*Variasi volume yang digunakan 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; dan 0,9 mL

B.13. Pengaruh ion Pengganggu As(III) pada pengukuran Fe(III)-tiosianat



*Variasi volume yang digunakan 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 dan 0,05 mL

B.14. Pembuatan Larutan Blanko Pengukuran Fe(III)-Fenantrolin



C. Perhitungan Pembuatan Larutan

C.1. Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

Larutan standar Fe(III) 100 ppm dibuat dari padatan kristal $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\frac{\text{ppm Fe}}{\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{ppm Fe} \times \text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Fe}}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{100 \text{ ppm} \times 270,20 \text{ g/mol}}{55,85 \text{ g/mol}}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 483,795 \text{ ppm}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 483,795 \text{ mg/L}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$483,795 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 483,795 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 48,3795 \text{ mg}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,0484 \text{ g}$$

Jadi, massa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,0484 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi Fe(III) 100 ppm.

C.2. Pembuatan Larutan As₂O₃ 100 ppm

Larutan As(III) 100 ppm dibuat dari padatan serbuk putih As₂O₃ yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat As₂O₃ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\frac{\text{ppm As}}{\text{ppm As}_2\text{O}_3} = \frac{\text{Ar As}}{\text{Mr As}_2\text{O}_3}$$

$$\text{ppm As}_2\text{O}_3 = \frac{\text{ppm As} \times \text{Mr As}_2\text{O}_3}{\text{Ar As}}$$

$$\text{ppm As}_2\text{O}_3 = \frac{100 \text{ ppm} \times 197,84 \text{ g/mol}}{74,92 \text{ g/mol}}$$

$$\text{ppm As}_2\text{O}_3 = 264,068 \text{ ppm}$$

$$\text{ppm As}_2\text{O}_3 = 264,068 \text{ mg/L}$$

$$\text{ppm As}_2\text{O}_3 = \frac{\text{massa As}_2\text{O}_3}{\text{volume aqua DM}}$$

$$264,068 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa As}_2\text{O}_3}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa As}_2\text{O}_3 = 264,068 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa As}_2\text{O}_3 = 26,4068 \text{ mg}$$

$$\text{massa As}_2\text{O}_3 = 0,0264 \text{ g}$$

Jadi, massa As₂O₃ yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,0264 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi As(III) 100 ppm

C.3. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dibuat dari padatan 1,10-fenantrolin anhidrat yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat 1,10-fenantrolin dapat dilihat sebagai berikut.

$$\text{ppm 1,10-fenantrolin} = \frac{\text{massa 1,10-fenantrolin}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$1000 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa 1,10-fenantrolin}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa 1,10-fenantrolin} = 1000 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa 1,10-fenantrolin} = 100 \text{ mg}$$

$$\text{massa 1,10-fenantrolin} = 0,1 \text{ gram}$$

Jadi, massa 1,10-fenantrolin yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,1 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 1,10-fenantrolin 1000 ppm.

C.4. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 3,5

Larutan buffer asetat pH 3,5 dibuat dari padatan natrium asetat (CH_3COONa) yang dilarutkan dalam 5 mL asam asetat glasial (CH_3COOH) dan sejumlah aqua DM. Perhitungannya dapat dilihat berikut ini.

$$\text{CH}_3\text{COOH } 100\% = \frac{100}{100} \times \rho \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH } 100\% = 1 \times 1,049 \text{ kg/L}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH } 100\% = 1,049 \text{ kg/L}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH } 100\% = 1049 \text{ gram/L}$$

Konsentrasi tersebut selanjutnya diubah dalam bentuk molaritas (M),

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{1049 \text{ gram/L}}{Mr \text{ CH}_3\text{COOH}}$$

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{1049 \text{ gram/L}}{60,05 \text{ gram/mol}}$$

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = 17,47 \text{ mol/L}$$

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = 17,47 \text{ M}$$

Dari CH_3COOH diambil sebanyak 5 mL dan diencerkan dalam 100 mL larutan sehingga dapat diketahui mol CH_3COOH , dengan perhitungan sebagai berikut.

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$M_1 \cdot 50 \text{ mL} = 17,47 \text{ mol/L} \cdot 5 \text{ mL}$$

$$M_1 = 1,747 \text{ M}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = M \text{ CH}_3\text{COOH} \cdot V \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 1,747 \text{ mol/L} \cdot 0,05 \text{ L}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 0,08735 \text{ mol}$$

Selanjutnya dapat dihitung mol CH_3COONa dan massanya yang dibutuhkan untuk membuat buffer pH 3,5.

$$[\text{H}^+] = K_a \times \left(\frac{\text{mol CH}_3\text{COOH}}{\text{mol CH}_3\text{COONa}} \right)$$

$$[10^{-3,5}] = 1,75 \cdot 10^{-5} \left(\frac{0,08735 \text{ mol}}{x \text{ mol}} \right)$$

$$x = \frac{1,75 \cdot 10^{-5} \times 0,08735}{10^{-3,5}}$$

$$x = 0,00483 \text{ mol CH}_3\text{COONa}$$

Massa CH₃COONa anhidrat yang dibutuhkan sebanyak:

$$\text{Massa} = \text{mol} \times \text{Mr}$$

$$= 0,00483 \text{ mol} \times 82,03 \text{ gram/mol}$$

$$= 0,3962 \text{ gram}$$

Jadi, CH₃COONa anhidrat yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,3962 gram untuk membuat larutan buffer asetat pH 3,5 yang nantinya akan ditambahkan 5 mL CH₃COOH dalam labu ukur 50 mL.

C.5. Pembuatan Larutan KSCN 1000 ppm

Larutan KSCN 1000 ppm dibuat dari padatan KSCN yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat KSCN dapat dilihat sebagai berikut.

$$\text{ppm KSCN} = \text{massa KSCN} / V$$

$$1000 \text{ mg/L} = \text{massa KSCN} / 100 \text{ mL}$$

$$\text{massa KSCN} = 1000 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa KSCN} = 100 \text{ mg}$$

$$\text{massa KSCN} = 0,1 \text{ gram}$$

Jadi, massa KSCN yang dibutuhkan adalah sebanyak 0,1 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi 1,10-fenantrolin 1000 ppm.

D. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang dan Absorbansi

D.1. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)-fenantrolin

Data absorbansi dan panjang gelombang maksimum Fe(III)-fenantrolin ditunjukkan pada Tabel D.1 berikut ini.

Tabel D. 1 Data Panjang Gelombang Fe(III)-fenantrolin 290-400 nm

No.	λ	A ₁	A ₂	A ₃	A _{rata-rata}
1	312	0,1730	0,2630	0,1340	0,1900
2	313	0,1890	0,2130	0,1410	0,1810
3	314	0,2210	0,2560	0,1280	0,2017
4	315	0,2850	0,3080	0,2950	0,2960
5	316	0,3540	0,3390	0,3130	0,3353
6	317	0,4470	0,4640	0,4520	0,4543
7	318	0,4770	0,4920	0,5060	0,4917
8	319	0,5230	0,5490	0,5320	0,5347
9	320	0,5350	0,5750	0,5500	0,5533
10	321	0,5330	0,5690	0,5490	0,5503
11	322	0,5290	0,5670	0,5470	0,5477
12	323	0,5200	0,5600	0,5460	0,5420
13	324	0,5170	0,5600	0,5300	0,5357
14	325	0,5130	0,5550	0,5240	0,5307
15	326	0,5140	0,5540	0,5260	0,5313
16	327	0,4920	0,5330	0,5020	0,5090
17	328	0,4830	0,5230	0,4940	0,5000
18	329	0,4690	0,5060	0,4750	0,4833
19	330	0,4610	0,4960	0,4690	0,4753
20	331	0,4510	0,4880	0,4620	0,4670
21	332	0,4430	0,4770	0,4500	0,4567
22	333	0,4350	0,4680	0,4440	0,4490
23	334	0,4260	0,4580	0,4340	0,4393
24	335	0,4180	0,4440	0,4250	0,4290

25	336	0,4120	0,4410	0,4200	0,4243
26	337	0,4040	0,4310	0,4110	0,4153
27	338	0,3950	0,4220	0,4020	0,4063
28	339	0,3910	0,4160	0,3980	0,4017
29	340	0,3840	0,4070	0,3900	0,3937
30	341	0,3750	0,3970	0,3810	0,3843
31	342	0,3720	0,3940	0,3780	0,3813
32	343	0,3670	0,3870	0,3730	0,3757
33	344	0,3610	0,3810	0,3670	0,3697
34	345	0,3590	0,3780	0,3650	0,3673
35	346	0,3580	0,3760	0,3630	0,3657
36	347	0,3560	0,3730	0,3610	0,3633
37	348	0,3540	0,3730	0,3600	0,3623
38	349	0,3550	0,3720	0,3600	0,3623
39	350	0,3530	0,3700	0,3590	0,3607
40	351	0,3540	0,3700	0,3590	0,3610
41	352	0,3540	0,3700	0,3590	0,3610
42	353	0,3530	0,3680	0,3580	0,3597
43	354	0,3520	0,3670	0,3570	0,3587
44	355	0,3520	0,3660	0,3560	0,3580
45	356	0,3490	0,3620	0,3540	0,3550
46	357	0,3460	0,3590	0,3510	0,3520
47	358	0,3450	0,3570	0,3490	0,3503
48	359	0,3420	0,3530	0,3460	0,3470
49	360	0,3390	0,3500	0,3430	0,3440
50	361	0,3350	0,3450	0,3390	0,3397
51	362	0,3320	0,3410	0,3350	0,3360
52	363	0,3290	0,3370	0,3320	0,3327
53	364	0,3250	0,3330	0,3280	0,3287
54	365	0,3210	0,3280	0,3240	0,3243
55	366	0,3160	0,3230	0,3190	0,3193
56	367	0,3110	0,3170	0,3130	0,3137
57	368	0,3070	0,3140	0,3100	0,3103
58	369	0,3020	0,3080	0,3060	0,3053

59	370	0,2960	0,3020	0,2990	0,2990
60	371	0,2910	0,2970	0,2940	0,2940
61	372	0,2860	0,2910	0,2880	0,2883
62	373	0,2800	0,2850	0,2820	0,2823
63	374	0,2750	0,2800	0,2770	0,2773
64	375	0,2690	0,2740	0,2710	0,2713
65	376	0,2620	0,2660	0,2650	0,2643
66	377	0,2570	0,2610	0,2580	0,2587
67	378	0,2520	0,2560	0,2530	0,2537
68	379	0,2460	0,2500	0,2480	0,2480
69	380	0,2400	0,2440	0,2410	0,2417
70	381	0,2340	0,2380	0,2350	0,2357
71	382	0,2270	0,2310	0,2290	0,2290
72	383	0,2210	0,2250	0,2220	0,2227
73	384	0,2160	0,2190	0,2160	0,2170
74	385	0,2100	0,2130	0,2110	0,2113
75	386	0,2040	0,2080	0,2050	0,2057
76	387	0,1980	0,2010	0,1980	0,1990
77	388	0,1930	0,1960	0,1940	0,1943
78	389	0,1880	0,1910	0,1890	0,1893
79	390	0,1820	0,1850	0,1830	0,1833
80	391	0,1780	0,1800	0,1780	0,1787
81	392	0,1730	0,1750	0,1730	0,1737
82	393	0,1680	0,1700	0,1680	0,1687
83	394	0,1630	0,1660	0,1630	0,1640
84	395	0,1590	0,1610	0,1590	0,1597
85	396	0,1550	0,1570	0,1550	0,1557
86	397	0,1510	0,1530	0,1500	0,1513
87	398	0,1460	0,1490	0,1460	0,1470
88	399	0,1420	0,1440	0,1420	0,1427
89	400	0,1390	0,1410	0,1380	0,1393

D.2. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum As(III)-fenantrolin

Data absorbansi dan panjang gelombang maksimum As(III)-fenantrolin ditunjukkan pada Tabel D.2 berikut ini.

Tabel D. 2 Data Panjang Gelombang As(III)-fenantrolin 312-319 nm

No.	λ	A ₁	A ₂	A ₃	A _{rata-rata}
1	312	0,0520	0,0430	0,0340	0,0430
2	313	0,0640	0,0630	0,0460	0,0577
3	314	0,0560	0,0270	0,0510	0,0447
4	315	0,0830	0,0570	0,0630	0,0677
5	316	0,1140	0,0980	0,0980	0,1033
6	317	0,1290	0,1260	0,1140	0,1230
7	318	0,1020	0,0880	0,1000	0,0967
8	319	0,0830	0,0880	0,0910	0,0873

D.3. Data Absorbansi Kurva Kalibrasi Fe(III)-fenantrolin

Data absorbansi untuk kurva kalibrasi akan ditunjukkan pada Tabel D.3.

Tabel D. 3 Data Absorbansi Kurva Kalibrasi Fe(III)-fenantrolin

Konsentrasi Fe(III) (ppm)	A ₁	A ₂	A ₃	A _{rata-rata}
0,0000	0,0000	0,0200	0,0250	0,0233
1,0000	0,1040	0,0830	0,0840	0,0903
2,0000	0,2270	0,2220	0,2260	0,2250
3,0000	0,3190	0,3100	0,3220	0,3170
4,0000	0,4350	0,4420	0,4410	0,4393
5,0000	0,5240	0,5200	0,5260	0,5233
6,0000	0,6700	0,6780	0,6890	0,6790
7,0000	0,7560	0,7600	0,7660	0,7607

D.4. Data Absorbansi Pengaruh Ion Pengganggu As^{3+} pada Fe(III)-fenantrolin

Data absorbansi mengenai pengaruh dari ion pengganggu As^{3+} pada Fe(III)-fenantrolin ditunjukkan pada Tabel D.4.

Tabel D. 4 Data Absorbansi Fe(III)-fenantrolin dengan pengaruh penambahan Ion Pengganggu As^{3+}

Konsentrasi As(III) (ppm)	A_1	A_2	A_3	$A_{\text{rata-rata}}$
0,0000	0,6500	0,6250	0,6210	0,6320
0,1000	0,5280	0,5200	0,5270	0,5250
0,2000	0,5110	0,5120	0,5110	0,5110
0,3000	0,4880	0,5110	0,4490	0,4830
0,4000	0,4820	0,4860	0,4710	0,4800
0,5000	0,4780	0,4660	0,4590	0,4680

D.5. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum Fe(III)-tiosianat

Data absorbansi dan panjang gelombang maksimum Fe(III)-tiosianat ditunjukkan pada Tabel D.5 berikut ini.

Tabel D. 5 Data Panjang Gelombang Fe(III)-tiosianat 400-500 nm

No.	λ	A_1	A_2	A_3	$A_{\text{rata-rata}}$
1	400	0,1150	0,1140	0,1140	0,1143
2	401	0,1180	0,1170	0,1160	0,1170
3	402	0,1200	0,1190	0,1180	0,1190
4	403	0,1220	0,1210	0,1210	0,1213
5	404	0,1250	0,1240	0,1230	0,1240
6	405	0,1270	0,1260	0,1250	0,1260
7	406	0,1300	0,1280	0,1280	0,1287
8	407	0,1320	0,1300	0,1300	0,1307
9	408	0,1340	0,1330	0,1320	0,1330

10	409	0,1360	0,1350	0,1350	0,1353
11	410	0,1390	0,1370	0,1370	0,1377
12	411	0,1410	0,1390	0,1390	0,1397
13	412	0,1430	0,1420	0,1420	0,1423
14	413	0,1460	0,1440	0,1440	0,1447
15	414	0,1480	0,1460	0,1460	0,1467
16	415	0,1500	0,1490	0,1480	0,1490
17	416	0,1530	0,1510	0,1500	0,1513
18	417	0,1540	0,1530	0,1520	0,1530
19	418	0,1580	0,1550	0,1550	0,1560
20	419	0,1600	0,1570	0,1570	0,1580
21	420	0,1620	0,1590	0,1590	0,1600
22	421	0,1640	0,1620	0,1620	0,1627
23	422	0,1660	0,1640	0,1640	0,1647
24	423	0,1680	0,1660	0,1660	0,1667
25	424	0,1700	0,1680	0,1680	0,1687
26	425	0,1720	0,1700	0,1700	0,1707
27	426	0,1740	0,1710	0,1710	0,1720
28	427	0,1760	0,1740	0,1730	0,1743
29	428	0,1780	0,1750	0,1750	0,1760
30	429	0,1790	0,1770	0,1770	0,1777
31	430	0,1810	0,1790	0,1790	0,1797
32	431	0,1830	0,1800	0,1800	0,1810
33	432	0,1840	0,1820	0,1820	0,1827
34	433	0,1860	0,1840	0,1840	0,1847
35	434	0,1880	0,1860	0,1850	0,1863
36	435	0,1890	0,1870	0,1870	0,1877
37	436	0,1910	0,1880	0,1880	0,1890
38	437	0,1920	0,1900	0,1900	0,1907
39	438	0,1940	0,1910	0,1910	0,1920
40	439	0,1940	0,1930	0,1920	0,1930
41	440	0,1960	0,1940	0,1930	0,1943
42	441	0,1970	0,1950	0,1940	0,1953
43	442	0,1980	0,1960	0,1960	0,1967

44	443	0,1990	0,1970	0,1970	0,1977
45	444	0,2000	0,1980	0,1970	0,1983
46	445	0,2010	0,1990	0,1990	0,1997
47	446	0,2020	0,2000	0,1990	0,2003
48	447	0,2030	0,2000	0,2000	0,2010
49	448	0,2030	0,2010	0,2010	0,2017
50	449	0,2040	0,2020	0,2010	0,2023
51	450	0,2040	0,2020	0,2020	0,2027
52	451	0,2040	0,2020	0,2020	0,2027
53	452	0,2050	0,2030	0,2030	0,2037
54	453	0,2060	0,2040	0,2030	0,2043
55	454	0,2060	0,2030	0,2030	0,2040
56	455	0,2060	0,2040	0,2040	0,2047
57	456	0,2060	0,2040	0,2040	0,2047
58	457	0,2060	0,2040	0,2040	0,2047
59	458	0,2070	0,2050	0,2060	0,2060
60	459	0,2060	0,2040	0,2040	0,2047
61	460	0,2060	0,2040	0,2040	0,2047
62	461	0,2060	0,2040	0,2040	0,2047
63	462	0,2060	0,2030	0,2040	0,2043
64	463	0,2050	0,2030	0,2030	0,2037
65	464	0,2050	0,2030	0,2030	0,2037
66	465	0,2040	0,2020	0,2020	0,2027
67	466	0,2040	0,2020	0,2020	0,2027
68	467	0,2030	0,2020	0,2020	0,2023
69	468	0,2030	0,2010	0,2010	0,2017
70	469	0,2020	0,2010	0,2000	0,2010
71	470	0,2010	0,2000	0,2000	0,2003
72	471	0,2000	0,1990	0,1980	0,1990
73	472	0,1990	0,1980	0,1980	0,1983
74	473	0,1980	0,1970	0,1970	0,1973
75	474	0,1980	0,1960	0,1960	0,1967
76	475	0,1960	0,1950	0,1950	0,1953
77	476	0,1950	0,1940	0,1940	0,1943

78	477	0,1940	0,1930	0,1920	0,1930
79	478	0,1930	0,1920	0,1910	0,1920
80	479	0,1910	0,1900	0,1900	0,1903
81	480	0,1900	0,1900	0,1890	0,1897
82	481	0,1890	0,1880	0,1880	0,1883
83	482	0,1870	0,1850	0,1860	0,1860
84	483	0,1860	0,1850	0,1850	0,1853
85	484	0,1840	0,1830	0,1830	0,1833
86	485	0,1830	0,1820	0,1820	0,1823
87	486	0,1810	0,1810	0,1810	0,1810
88	487	0,1800	0,1790	0,1790	0,1793
89	488	0,1780	0,1770	0,1770	0,1773
90	489	0,1760	0,1750	0,1760	0,1757
91	490	0,1750	0,1740	0,1740	0,1743
92	491	0,1720	0,1720	0,1720	0,1720
93	492	0,1710	0,1700	0,1700	0,1703
94	493	0,1700	0,1690	0,1680	0,1690
95	494	0,1680	0,1670	0,1670	0,1673
96	495	0,1660	0,1650	0,1650	0,1653
97	496	0,1630	0,1630	0,1630	0,1630
98	497	0,1620	0,1610	0,1610	0,1613
99	498	0,1600	0,1590	0,1600	0,1597
100	499	0,1580	0,1570	0,1570	0,1573
101	500	0,1560	0,1550	0,1560	0,1557

D.6. Data Absorbansi Kurva Kalibrasi Fe(III)-tiosianat

Data absorbansi untuk kurva kalibrasi akan ditunjukkan pada Tabel D.6.

Tabel D. 6 Data Absorbansi Kurva Kalibrasi Fe(III)-tiosianat

Konsentrasi Fe(III) (ppm)	A ₁	A ₂	A ₃	A rata-rata
5,0000	0,1980	0,1990	0,1970	0,1980
6,0000	0,2280	0,2280	0,2280	0,2280
7,0000	0,2570	0,2580	0,2580	0,2577
8,0000	0,2890	0,2880	0,2910	0,2893
9,0000	0,3160	0,3130	0,3120	0,3137

D.7. Data Absorbansi Pengaruh Ion Pengganggu As³⁺ pada Fe(III)-tiosianat

Data absorbansi mengenai pengaruh dari ion pengganggu As³⁺ pada Fe(III)-tiosianat ditunjukkan pada Tabel D.7.

Tabel D. 7 Data Absorbansi Fe(III)-tiosianat dengan pengaruh penambahan Ion Pengganggu As³⁺

Konsentrasi As(III) (ppm)	A ₁	A ₂	A ₃	A rata-rata
0,0000	0,2280	0,2210	0,2210	0,2230
0,1000	0,2060	0,2050	0,2030	0,2050
0,2000	0,1810	0,1810	0,1820	0,1810
0,3000	0,1760	0,1750	0,1750	0,1750
0,4000	0,1690	0,1680	0,1680	0,1680
0,5000	0,1650	0,1650	0,1650	0,1650

E. Perhitungan Data Statistika Fe(III)-fenantrolin

E.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi

Berdasarkan Hukum Lambert Beer:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Keterangan:

A = Absorpsi

ϵ = Ketetapan Absorptivitas Molar

b = Tebal medium penyerap dengan satuan cm

c = Konsentrasi Fe(III) dengan satuan ppm

Apabila dibuat kurva dan dimisalkan absorbansi (A) sebagai sumbu Y dan konsentrasi Fe(III) sebagai sumbu X dalam membuat kurva larutan standar besi, maka:

$$B = \frac{n(\sum xy) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

Tabel E. 1 Data Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi

Konsentrasi Fe(III) ppm (x)	Absorbansi (y)	X ²	X.Y
0	0,0233	0	0
1	0,0903	1	0,0903
2	0,2250	4	0,4500
3	0,3170	9	0,9510
4	0,4393	16	1,7572
5	0,5233	25	2,6165
6	0,6790	36	4,0740
7	0,7607	49	5,3249
$\sum x = 28$	$\sum y = 3,0579$	$\sum x^2 = 140$	$\sum x.y = 15,2639$

Maka:

$$B = \frac{n(\sum xy) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$B = \frac{8(15,2639) - 28 \cdot 3,0579}{8 \cdot 140 - (28)^2}$$

$$B = \frac{122,1112 - 85,6212}{1120 - 784}$$

$$B = 0,1086$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

$$A = \frac{3,0579 - 0,1086 \cdot 28}{8}$$

$$A = \frac{3,0579 - 3,0408}{8}$$

$$A = 0,0021$$

Sehingga persamaan regresi linier untuk kurva kalibrasi larutan standar Fe^{3+} adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} y &= Bx + A \\ &= 0,1086x + 0,0021 \end{aligned}$$

E.2 Perhitungan Koefisien Korelasi dari Kurva Kalibrasi

Data dari kurva kalibrasi tersebut menghasilkan koefisien korelasi (r) seperti Tabel E.2 dibawah ini:

Tabel E. 2 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

(x)	(y)	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x}) \cdot (y - \bar{y})$
0	0,0233	12,25	0,1288	1,2563
1	0,0903	6,25	0,0852	0,7298
2	0,2250	2,25	0,0247	0,2359
3	0,3170	0,25	0,0043	0,0326
4	0,4393	0,25	0,0033	0,0285
5	0,5233	2,25	0,0199	0,2116
6	0,6790	6,25	0,0881	0,7419
7	0,7607	12,25	0,1432	1,3246
$\bar{x} = 3,5$	$\bar{y} = 0,3822$	$\Sigma = 42$	$\Sigma = 0,4975$	$\Sigma = 4,5613$

Koefisien korelasi digunakan untuk membuktikan seberapa kumpulan titik [ada percobaan sesuai dengan garis lurus. Persamaan untuk koefisien korelasi (r) dapat dilihat sebagai berikut:

$$r = \frac{\Sigma(x - \bar{x}) \cdot (y - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x - \bar{x})^2 \Sigma(y - \bar{y})^2}}$$

Keterangan:

r = koefisien korelasi

y = absorbansi

\bar{x} = rata-rata konsentrasi Fe(III)

\bar{y} = rata-rata absorbansi

Perhitungan koefisien korelasi adalah sebagai berikut:

$$r = \frac{4,56125}{\sqrt{42 \cdot 0,4975}}$$

$$r = 0,9978$$

sehingga $R^2 = 0,9957$

E.3 Perhitungan Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi

Uji-t digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya hubungan korelasi dengan persamaan yang ada dibawah ini:

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

Dimana Hipotesa awal (H_0) yaitu tidak ada korelasi antara absorbansi (y) dengan konsentrasi (x). H_1 yaitu ada korelasi antara absorbansi (y) dengan konsentrasi (x). Apabila $t_{hitung} > t_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan H_1 diterima. Apabila $t_{hitung} < t_{tabel}$ maka H_0 diterima.

Perhitungan uji-t yaitu dibawah ini:

$$t = |0,9978| \cdot \frac{\sqrt{(8-2)}}{\sqrt{(1-0,9957)}}$$

$$t = |0,9978| \cdot \frac{2,449}{0,0043}$$

$$t = 568,4468$$

Nilai derajat kebebasan = $n-2$

Nilai derajat kebebasan = $8-2 = 6$

Apabila dicocokkan dengan t_{tabel} didapatkan harga t_{tabel} sebesar 2,45. Sehingga dapat disimpulkan bahwa $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$ sehingga H_0 ditolak dan H_1 diterima, artinya terdapat korelasi antara absorbansi (y) dan konsentrasi (x).

E.4 Perhitungan Konsentrasi Fe^{3+} dan Persen Recovery

Pada perhitungan sebelumnya telah diperoleh persamaan garis dari kurva kalibrasi sebesar $y = 0,1086x + 0,0021$. Kurva kalibrasi tersebut dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi Fe^{3+} setelah dipengaruhi oleh ion As^{3+} . Berikut ini adalah cara perhitungan menentukan konsentrasi Fe^{3+} saat diganggu oleh ion As^{3+} :

$$y = 0,1086x + 0,0021$$

$$y - 0,0021 = 0,1086x$$

$$x = \frac{y - 0,0021}{0,1086}$$

Misalkan perhitungan untuk penambahan konsentrasi As^{3+} sebesar 0 ppm, maka:

$$x = \frac{y - 0,0021}{0,1086}$$

$$x = \frac{0,6320 - 0,0021}{0,1086}$$

$$x = 5,8002 \text{ ppm } \text{Fe}^{3+}$$

Nilai % recovery dihitung dari terbentuknya kompleks Fe(III)-fenantrolin setelah dilakukan penambahan ion As^{3+} dimana perhitungannya dapat dilihat sebagai berikut:

$$\% \text{recovery} = \frac{\text{konsentrasi Fe terukur}}{\text{Konsentrasi Fe mula – mula}} \times 100\%$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{5,8002 \text{ ppm}}{5,8002 \text{ ppm}} \times 100 \%$$

$$\% \text{ recovery} = 100\%$$

Untuk perhitungan selanjutnya diplot dalam Tabel E.3 dibawah ini.

Tabel E. 3 Tabel Konsentrasi Fe yang terukur dan % recovery

Konsentrasi As^{3+} (ppm)	Konsentrasi Fe terukur (ppm)	% Recovery
0,0000	5,8002	100,00 %
0,1000	4,8149	83,01 %
0,2000	4,6860	80,79 %
0,3000	4,4282	76,53 %
0,4000	4,4006	75,87 %
0,5000	4,2901	73,96 %

E.5 Perhitungan standar deviasi (S), Standar Deviasi Relatif (RSD), dan Koefisien Variatif (CV)

Sebagai contohnya adalah perhitungan pada penambahan As (III) 0,1 ppm

Tabel E. 4 Perhitungan Pertambahan As(III)

x_1	$(x_1 - \bar{x})$	$(x_1 - \bar{x})^2$
0,5931	$2 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-6}$

0,592	$-1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-6}$
0,593	0	0
$\bar{x} = 0,593$		$\Sigma = 5 \cdot 10^{-6}$

Diperoleh standar deviasi sebesar =

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{5 \cdot 10^{-6}}{2}}$$

$$s = 1,58 \cdot 10^{-3}$$

Dimana :

s = simpangan baku

x_n = hasil pengukuran ke - n

\bar{x} = rata - rata hasil pengukuran

n = jumlah pengulangan

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu :

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{1,58 \cdot 10^{-3}}{0,593} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 2,66 \text{ ppt}$$

Dan nilai CV sebesar :

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$RSD = \frac{1,58 \cdot 10^{-3}}{0,593} \times 100 \%$$

$$RSD = 0,266 \%$$

E.6 Tabel Konsentrasi Ion As (III), S, RSD, dan CV

Tabel E. 5 Tabel data konsentrasi Ion As (III), simpangan baku (S), standar deviasi relatif (RSD), dan koefisien variasi (CV).

No.	As (III) (ppm)	Absorbansi	S	RSD (ppt)	CV (%)
1	0,0000	0,7140	$6,36 \cdot 10^{-3}$	8,96	0,9
2		0,7030			
3		0,7140			
1	0,1000	0,5950	$1,58 \cdot 10^{-3}$	2,66	0,3
2		0,5920			
3		0,5930			
1	0,3000	0,5780	$2,12 \cdot 10^{-3}$	3,66	0,4
2		0,5810			
3		0,5770			
1	0,5000	0,5660	$6,36 \cdot 10^{-3}$	11,32	1,1
2		0,5550			
3		0,5660			
1	0,7000	0,5560	$2,34 \cdot 10^{-3}$	4,19	0,4
2		0,5590			
3		0,5610			
1	0,9000	0,5410	$4,95 \cdot 10^{-3}$	9,1	0,9
2		0,5500			
3		0,5420			

F. Perhitungan Data Statistika Fe(III)-tiosianat

F.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier Kurva Kalibrasi

Berdasarkan Hukum Lambert Beer:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Keterangan:

A = Absorpsi

ϵ = Ketetapan Absorptivitas Molar

b = Tebal medium penyerap dengan satuan cm

c = Konsentrasi Fe(III) dengan satuan ppm

Apabila dibuat kurva dan dimisalkan absorbansi (A) sebagai sumbu Y dan konsentrasi Fe(III) sebagai sumbu X dalam membuat kurva larutan standar besi, maka:

$$B = \frac{n(\sum xy) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

Tabel F. 1 Data Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi

Konsentrasi Fe(III) ppm (x)	Absorbansi (y)	X ²	X.Y
5	0,1980	25	0,990
6	0,2280	36	1,368
7	0,2580	49	1,806
8	0,2890	64	2,312
9	0,3140	81	2,826
$\sum x = 35$	$\sum y = 1,287$	$\sum x^2 = 255$	$\sum X.Y = 9,302$

Maka:

$$B = \frac{n (\sum xy) - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$B = \frac{5 (9,302) - 35 (1,287)}{5 (255) - (35)^2}$$

$$B = \frac{46,51 - 45,045}{1275 - 1225}$$

$$B = \frac{1,465}{50}$$

$$B = 0,0293$$

$$A = \frac{\sum y - B \sum x}{n}$$

$$A = \frac{1,287 - (0,0293)(35)}{5}$$

$$A = \frac{1,287 - 1,0255}{5}$$

$$A = \frac{0,2651}{5}$$

$$A = 0,0525$$

Sehingga persamaan regresi linier untuk kurva kalibrasi larutan standar Fe^{3+} adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned} y &= Bx + A \\ &= 0,0293x + 0,0525 \end{aligned}$$

F.2 Perhitungan Koefisien Korelasi dari Kurva Kalibrasi

Data dari kurva kalibrasi tersebut menghasilkan koefisien korelasi (r) seperti Tabel F.2 dibawah ini:

Tabel F. 2 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

(x)	(y)	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x}). (y - \bar{y})$
5	0,198	4	0,003528	0,1188
6	0,228	1	0,000864	0,0294
7	0,258	0	0,000000	0,0000
8	0,289	1	0,000999	0,0316
9	0,314	4	0,003204	0,1132
$\bar{x} = 7$	$\bar{y} = 0,2574$	$\sum = 10$	$\sum = 0,008595$	$\sum = 0,293$

Koefisien korelasi digunakan untuk membuktikan seberapa kumpulan titik [ada percobaan sesuai dengan garis lurus. Persamaan untuk koefisien korelasi (r) dapat dilihat sebagai berikut:

$$r = \frac{\sum(x - \bar{x}). (y - \bar{y})}{\sqrt{\sum(x - \bar{x})^2 \sum(y - \bar{y})^2}}$$

Keterangan:

r = koefisien korelasi

y = absorbansi

\bar{x} = rata-rata konsentrasi Fe(III)

\bar{y} = rata-rata absorbansi

Perhitungan koefisien korelasi adalah sebagai berikut:

$$r = \frac{0,293}{\sqrt{10.0,008595}}$$

$$r = \frac{0,293}{\sqrt{0,08595}}$$

$$r = \frac{0,293}{0,29317}$$

$$r = 0,9998$$

sehingga $R^2 = 0,9988$

F.3 Perhitungan Uji-t terhadap Kurva Kalibrasi

Uji-t digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya hubungan korelasi dengan persamaan yang ada dibawah ini:

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

Dimana Hipotesa awal (H_0) yaitu tidak ada korelasi antara absorbansi (y) dengan konsentrasi (x). H_1 yaitu ada korelasi antara absorbansi (y) dengan konsentrasi (x). Apabila $t_{hitung} > t_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan H_1 diterima. Apabila $t_{hitung} < t_{tabel}$ maka H_0 diterima.

Perhitungan uji-t yaitu dibawah ini:

$$t = |0,999| \frac{\sqrt{5-2}}{\sqrt{1-0,9988}}$$

$$t = |0,999| \frac{1,7320}{0,0346}$$

$$t = |0,999| . 50,0578$$

$$t = 50$$

Nilai derajat kebebasan = n-2

Nilai derajat kebebasan = $5 - 2 = 3$

Apabila dicocokkan dengan t_{tabel} didapatkan harga t_{tabel} sebesar 3,18. Sehingga dapat disimpulkan bahwa $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$ sehingga H_0 ditolak dan H_1 diterima, artinya terdapat korelasi antara absorbansi (y) dan konsentrasi (x).

F.4 Perhitungan Konsentrasi Fe^{3+} dan Persen Recovery

Pada perhitungan sebelumnya telah diperoleh persamaan garis dari kurva kalibrasi sebesar $y = 0,0293x + 0,0525$. Kurva kalibrasi tersebut dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi Fe^{3+} setelah dipengaruhi oleh ion As^{3+} . Berikut ini adalah cara perhitungan menentukan konsentrasi Fe^{3+} saat diganggu oleh ion As^{3+} :

$$y = 0,0293x + 0,0525$$

$$y - 0,0525 = 0,0293x$$

$$x = \frac{y - 0,0525}{0,02893}$$

Misalkan perhitungan untuk penambahan konsentrasi As^{3+} sebesar 0 ppm, maka:

$$x = \frac{y - 0,0525}{0,02893}$$

$$x = \frac{0,223 - 0,0525}{0,02893}$$

$$x = 5,2048 \text{ ppm } \text{Fe}^{3+}$$

Nilai % *recovery* dihitung dari terbentuknya kompleks $\text{Fe(III)-fenantrolin}$ setelah dilakukan penambahan ion As^{3+} dimana perhitungannya dapat dilihat sebagai berikut:

$$\% \text{recovery} = \frac{\text{konsentrasi Fe terukur}}{\text{Konsentrasi Fe mula} - \text{mula}} \times 100\%$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{5,2048 \text{ ppm}}{5,2048 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$\% \text{ recovery} = 100\%$$

Untuk perhitungan selanjutnya diplot dalam Tabel F.3 dibawah ini.

Tabel F. 3 Tabel Konsentrasi Fe yang terukur dan % *recovery*

Konsentrasi As ³⁺ (ppm)	Konsentrasi Fe terukur (ppm)	% Recovery
0,0000	5,8191	100,00 %
0,1000	5,2048	89,44 %
0,2000	4,3857	75,36 %
0,3000	4,1809	71,84 %
0,4000	3,9419	67,74 %
0,5000	3,8396	65,98 %

F.5 Perhitungan standar deviasi (S), Standar Deviasi Relatif (RSD), dan Koefisien Variatif (CV)

Sebagai contohnya adalah perhitungan pada penambahan As (III) 0,1 ppm.

Tabel F. 4 Perhitungan Pertambahan As(III)

x_1	$(x_1 - \bar{x})$	$(x_1 - \bar{x})^2$
0,2060	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-6}$
0,2050	0	0
0,2030	$-2 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-6}$
$\bar{x} = 0,2050$		$\Sigma = 5 \cdot 10^{-6}$

Diperoleh standar deviasi sebesar =

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{5 \cdot 10^{-6}}{2}}$$

$$s = 1,58 \cdot 10^{-3}$$

Dimana :

s = simpangan baku

x_n = hasil pengukuran ke - n

\bar{x} = rata - rata hasil pengukuran

n = jumlah pengulangan

Dari hasil perhitungan rata-rata dan standar deviasi tersebut dapat diperoleh nilai CV dan RSD yaitu :

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{1,58 \cdot 10^{-3}}{0,2050} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 7,71 \text{ ppt}$$

Dan nilai CV sebesar :

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$CV = \frac{1,58 \cdot 10^{-3}}{0,2050} \times 100\%$$

$$CV = 0,771 \%$$

F.6 Tabel Konsentrasi Ion As (III), S, RSD, dan CV

Tabel F. 5 Tabel data konsentrasi Ion As (III), simpangan baku (S), standar deviasi relatif (RSD), dan koefisien variasi (CV).

No.	As (III) (ppm)	Absorbansi	S	RSD (ppt)	CV (%)
1	0,0000	0,2280	$4,06.10^{-3}$	18,21	1,821
2		0,2210			
3		0,2210			
1	0,100	0,2060	$1,58.10^{-3}$	7,71	0,771
2		0,2050			
3		0,2030			
1	0,300	0,1810	$5,78.10^{-4}$	3,19	0,319
2		0,1810			
3		0,1820			
1	0,500	0,1760	$5,78.10^{-4}$	3,19	0,319
2		0,1750			
3		0,1750			
1	0,700	0,1690	$5,78.10^{-4}$	3,19	0,319
2		0,1680			
3		0,1680			
1	0,900	0,1650	0	0	0
2		0,1650			
3		0,1650			

BIODATA PENULIS



Penulis bernama Nur Azizah Agustina yang dilahirkan di Jember pada tanggal 23 Agustus 1995. Penulis merupakan anak ketiga dari empat bersaudara. Penulis pernah menempuh pendidikan di SDN Sukowono 01, SMPN 1 Kalisat, dan SMAN 2 Jember. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (MIPA) Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

melalui jalur SNMPTN Undangan pada tahun 2013 dan terdaftar sebagai mahasiswa Kimia ITS dengan NRP 1413100020. Penulis pernah melakukan kerja praktik di PT Nestle Indonesia Kejayan Factory bagian *Hygiene* dari *Quality Control Departement* selama tiga bulan. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif berorganisasi. Penulis pernah menjabat sebagai staff Kesejahteraan Anggota ITS Badminton Community (IBC) 2014/2015, staff ahli Medfo IBC periode 2015/2016 dan Kepala Departemen *Bussiness and Development* Sobat Bumi Surabaya periode 2016/2017. Penulis menyelesaikan pendidikannya di Jurusan Kimia FMIPA ITS dengan mengambil tugas akhir yang berjudul “Pengaruh Ion As^{3+} Pada Analisa Besi(III) Dengan Ligan 1,10-Fenantrolin Dan Tiosianat Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis” yang dibimbing oleh Bapak Djarot Sugiarto. Penulis dapat diajak berdiskusi mengenai tugas akhir maupun topik lainnya dan dapat dihubungi melalui email nurazizahagustina13@gmail.com.